

CONFIDENTIEL

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

SAMPLE N° 993856

REANALYSIS

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-4
<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4
SECTION 2 : TECHNICAL PART	pages 5-87
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation Instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive references	30
- Negative aliquot and Sample A 993856 for each fraction	34
4-3 Data on Instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 993856 for each fraction	56
5-3 Data on Instrument performances	68
5-4 Result form	86
SECTION 3 : Certificate of analysis n°30209	page 88
SECTION 4 : Annexes	pages 89-90

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Date de l'analyse de contrôle : 18/04/2007

Demande :

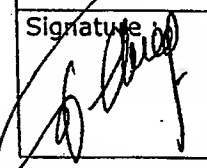
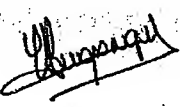
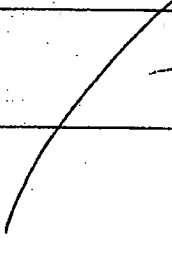
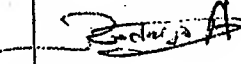
Demande faite par : USADA

N° d'échantillon concerné : A 993 856

Nature du milieu biologique : URINE

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle :

Laboratoire		Témoin Indépendant	Expert	Autres
Nom :	NECHIN	Nongongu		USADA
Signature :				

Chaîne de détention interne :

Lieu de déstockage : Chambre froide ☒ Congélateur ☐ n° : CAF N° 1

Conditions de stockage : -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☒

Destockage des flacons : A ☒ B ☐

Date : 18/04/07 Heure : 10h30 Opérateur : 04

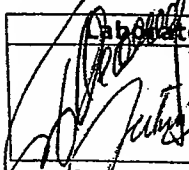
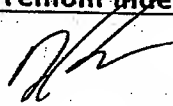
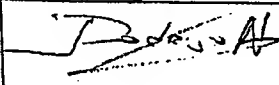
Vérification de l'identification :

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐ N° : A 993 856

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui ☐ Non ☐

Intégrité des scellés : Oui ☒ Non ☐

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
			

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
		FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLÉ

Ouverture du scellé :

Date : 18/04/2007 Heure : 10h35 Opérateur : 49

Localisation : salle n° 004 10h50M

N° du flacon : A.g.g.3.856

Volume : 3.5 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Remise sous scellé :

Oui ☒

Non ☐

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur :

Système : Versapak ☐ Berlinger ☐ Autre ☐

N° de flacon : N° de scellé :

Volume restant :

Lieu de stockage Chambre froide ☐ Congélateur ☐ n°.....

Conditions de stockage -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☐
Stockage de la remis sous scellé

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur :

Validation de la remise sous scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES FLAcons A ET B

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 993856

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2 puis restockage
18/04/2007 10h30	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°3
18/04/2007 10h50	49	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
18/04/2007 10h55	49	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

3

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 993856

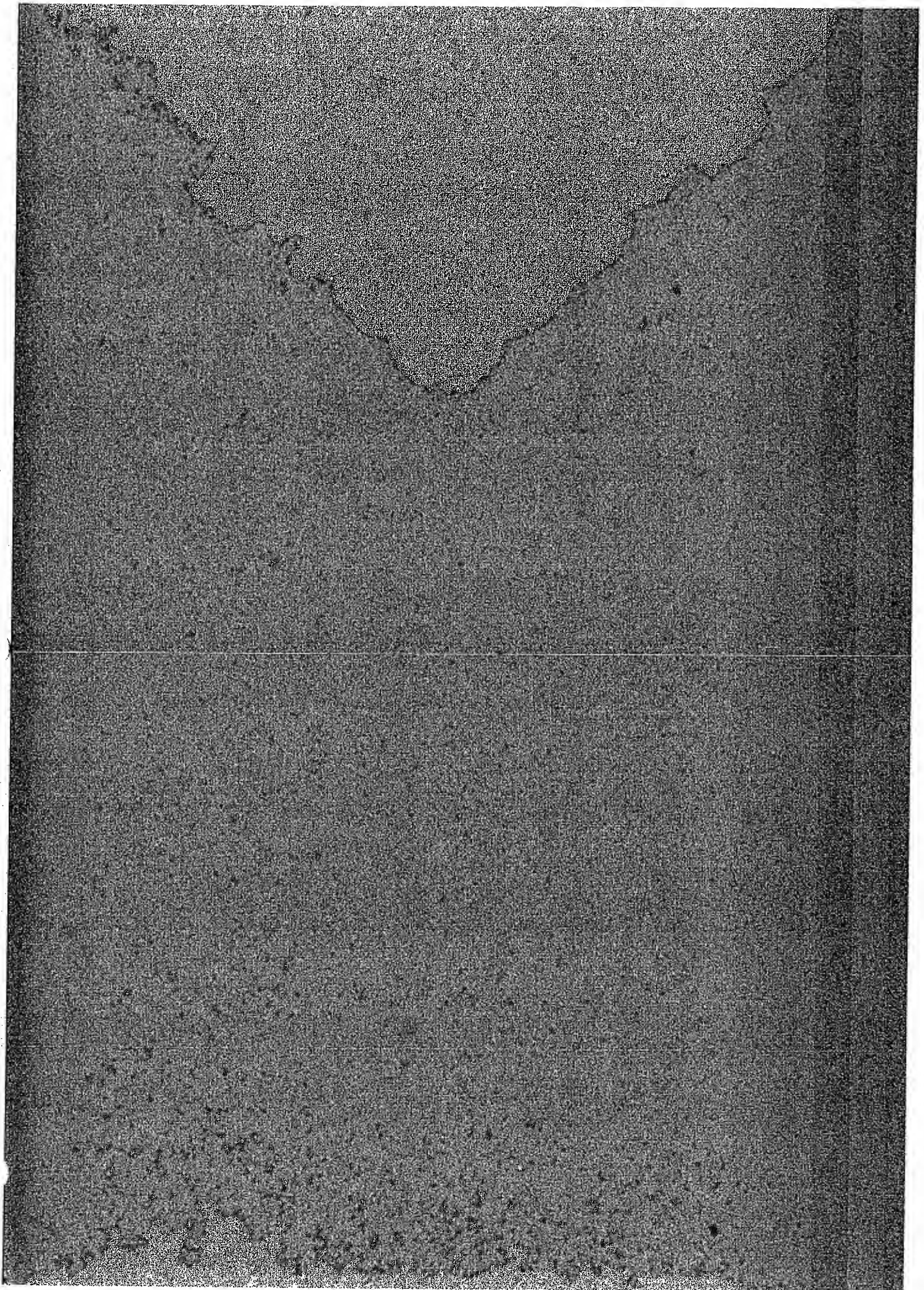
Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
18/04/2007 11h05	Aliquote EC31	49	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
19/04/2007 9h30	Aliquote EC31	49	Fin de préparation	
19/04/2007 17h57	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
20/04/2007 12h10	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Reprise pour analyses IRMS	
20/04/2007 13h53	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Origine exogène des métabolites de la Testostérone
20/04/2007 14h37	Aliquote EC31 (Fraction 3 : volume Injecté inférieur)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Fraction non exploitée pour conclure

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.



LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTES		
ECHANTILLON		
N° de laboratoire :		N° échantillon : A 993856
Produit(s)-confirmé(s) :	Analyse isotopique 13C/12C	
pH mesuré en conf :	5,2	Densité affichée en conf : 1,022 Réfractomètre n° : 2 * Densité corrigée : 1,022
CONFIRMATION QUALITATIVE		
Essai n° :	EC 31	
Mode opératoire de préparation :	M-EX- 24	Version : c
Mode opératoire d'analyse :	M-AN- 52/41	Version : A1B
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/> CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/> CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/> Cytométrie <input type="checkbox"/>
CONFIRMATION SIMILICUANTATIVE		
Essai n° :	EC	
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/> CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée :	<input type="text"/>	
* Concentration corrigée :	<input type="text"/>	
CONFIRMATION QUANTITATIVE		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/> IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :	<input type="text"/>	
* Seuil corrigé :	<input type="text"/>	
DEPISTAGE RAPIDE		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : 49	Code opérateur du responsable : 10	
Date et paraphe : 21/04/07	Date et paraphe : 21/04/07	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	5	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :		

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1/2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : **ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT**

Mode opératoire d'extraction : **M-EX-24**

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: **M-EXMix-05**

Mode opératoire d'analyse: **- GC/MS: M-AN-52**

- GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse GC/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Mode opératoire de dépouillement : **- GC/MS: M-RDP-05**

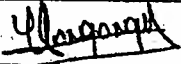
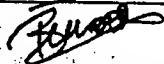
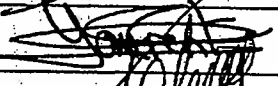
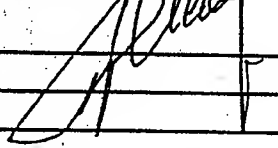
- GC/C/IRMS: M-DP-31

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément :
un blanc urinaire
un aliquot échantillon

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Biohit 1-5ml
Cônes Biohit

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube
préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg
Tubes Kimbles 16x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate
pH = 6.5

Dispensette

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de
β-glucuronidase

Compte goutte

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarek
Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans
tubes préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Azote

Tampon Phosphate pH = 6.5
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

β-glucuronidase
Chambre froide à +4°C

CONFIDENTIEL

Azote

8

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube
les extraits du même échantillon :
Mettre de côté un tube sec
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans
les autres tubes et agiter 10s avant
de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur
Vortex

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec
500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner
Vortex

Pyridine desséchée
Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du
tube en position quasi horizontale
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

Dérivier le tube bien fermé 1h00
à 60°C ou laisser
une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C
ou
Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile
Agiter 10 secondes
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml
Cônes Biohit

Acétonitrile
Eau ultrapure

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions
F1 (environ 2h00)
F2 (environ 1h30)
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

CONFIDENTIEL

g

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Traitement des fractions F1, F2 et F3

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Ajouter le SI selon I-VOL-01

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 200 ng/µl

Ajouter 200 µl d'acétonitrile

Pipettman réglable de 200 µl
Cônes Greiner

Acétonitrile

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C

Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01)
Agiter 10 secondes

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 0.2mg/ml

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

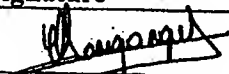

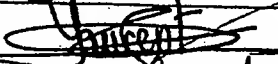
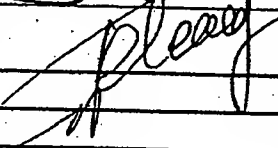
Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 4 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
 Voie 2 : Eau ultrapure
 Voie 3 : Acétonitrile
 Voie 4 : Rien
 Voie 5 : Rien
 Voie 6 : Rien
 Voie 7 : Rien
 Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1
 Echantillon 1
 Blanc urinaire 2
 Echantillon 2
 ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

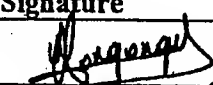

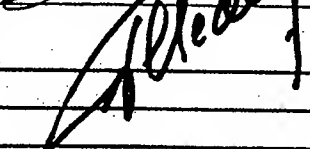
LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C ₁₈ Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
 Voie 2 : Eau ultrapure
 Voie 3 : Acétonitrile
 Voie 4 : Rien
 Voie 5 : Rien
 Voie 6 : Rien
 Voie 7 : Rien
 Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1
 Blanc urinaire 1 tube 2
 Blanc urinaire 1
 Echantillon 1 tube 1
 Echantillon 1 tube 2
 Echantillon 1
 Blanc urinaire 2 tube 1
 Blanc urinaire 2 tube 2
 Blanc urinaire 2

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Echantillon 2 tube 1
 Echantillon 2 tube 2
 Echantillon 2

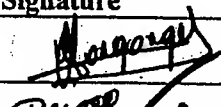


Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C ₁₈
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
08 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
 Voie 2: H₂O (ultrapure)
 Voie 3: Acétonitrile
 Voie 4: Rien
 Voie 5: Rien
 Voie 6: Rien
 Voie 7: Rien
 Voie 8: Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)
 Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.
 Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

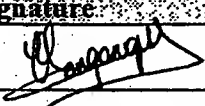
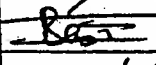
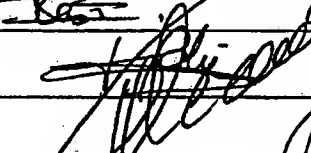
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

CONFIDENTIEL

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H ₂ O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH ₃ CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H ₂ O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

20

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

A 993856

Sexe :

M

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date :

18/04/07

Heure :

10h30

Prise d'essai:

Volume:

3.0 mL

Heure:

10h55

Paraphe:

[Signature]

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	18/04/07	pHmet n°: 7	21,3	5,20	<i>[Signature]</i>
Densité	18/04/07	Refract n°: 2		1,022	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire:

Pool 4

Densité :

1,024

Prise d'essai :

16 mL

Paraphe :








[Signature]

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	18/04/07	11h05		Rapid Trace : RT1AD	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		12h40		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER.1	
Evaporation	18/04/07	12h40	13h50	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER.1	
Hydrolyse	18/04/07	14h00		Code du tampon : 7060207-01	<i>[Signature]</i>
	19/04/07		15h05	DLU* de la βGlu : 16/05/07 Etuve n°: 5	
Deuxième extraction	18/04/07	15h25		Rapid Trace : RT1AD	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		17h10		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER.1	

*DLU: date limite d'utilisation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	18/04/07	17h10	18h40	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Acétylation	18/04/07	18h45		DLU* Anhydride acétique : 11/2008 DLU* Pyridine : 12/2007	
	19/04/07		9h30	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	19/04/07	9h30	9h45	Bain à sec (BSE) : S21	
Troisième extraction	19/04/07	9h50		Rapid Trace : RT120	
	19/04/07		11h25		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	19/04/07	11h25	13h30	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Ajout SI,	19/04/07	13h40		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	
Mise en vial	19/04/07		13h55	004C	
Evaporation	19/04/07	13h55		Bain à sec (BSE) : S21	
	19/04/07		14h10		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	20	20	20
Volume hexane (µl)	100	400	100

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	19/04/07	14h10			
Injection CG/MS	19/04/07	14h15		MSD 112	
	20/04/07		12h10		
Ajout du SI si nécessaire	20/04/07	12h10		Code du SI (200ng/μL) : H67-004C	
Evaporation	20/04/07	12h20	12h35	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-EP-1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	3	60	4
Volume final hexane (μl)	20	470	15

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	20/04/07	12h35			
Injection GC/C/IRMS	20/04/07	12h45		ISOPRIME 2	

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

CONFIDENTIEL

2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/IRMS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

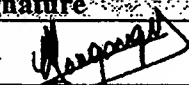
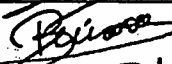
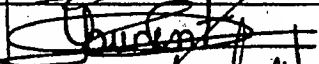

APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

25

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 2 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélié LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	09/05/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

COLONNE

Type: DB17-MS. JW Scien 122.4732
Longueur: 30m
Diamètre interne: 0.25mm
Epaisseur du film: 0.25µm

INJECTION

Mode: Splitless (insert splitless)
Température injecteur: 280°C
Volume injecté: 1µl
Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile
Solvant B: Hexane

CONDITIONS GC:

Température initiale: 70°C pendant 1 min
Gradient de température: 70→270°C à 30°C/min
270°C pendant 12 min
270→300°C à 10°C/min
300°C pendant 3 min
Température finale: 25.67 min
Temps d'analyse: 0.5 min
Temps d'équilibrage de la colonne: 0.5 min
Pression constante: Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
Température de la ligne de transfert: 300°C

CONDITIONS SM:

Solvent delay: 9 min
Température quad: 150°C
Température Source: 230°C
Fichier tune: Autotune
Mode d'acquisition: Full scan 50-550 uma

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

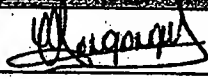

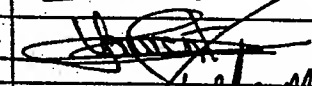
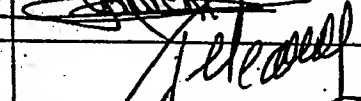
APPLICABLE le

28 OCT. 2005

CONFIDENTIEL

27

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 2 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

CONFIDENTIEL

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2007\Avril07\1904.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\1904\

Top Pre-Seq Cmd:

Instrument Control Pre-Seq Cmd:

Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:

Instrument Control Post-Seq Cmd:

Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run

(X) Full Method

() Reprocessing Only

On A Barcode Mismatch

(X) Inject Anyway

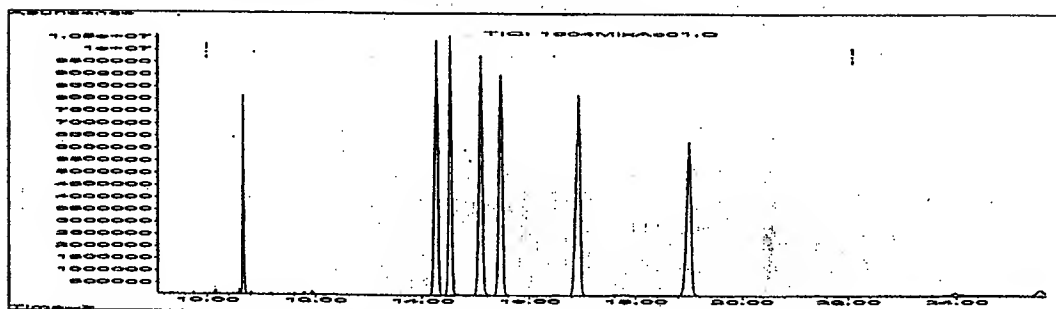
() Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	1904MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Calibration	2
	Datafile	1904MixAc02
	Method	MAN_52
3)	Blank	3 Blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4 428f3 MAN_52 A 825428 F3
5)	Blank	5 Blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6 428f2 MAN_52 A 825428 F2
7)	Blank	7 Blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8 428F1 MAN_52 A 825428 F1
9)	Blank	9 Blu2F3 MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10 856f3 MAN_52 A 993856 F3
11)	Blank	11 Blu2F2 MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12 856F2 MAN_52 A 993856 F2
13)	Blank	13 Blu2F1 MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14 856F1 MAN_52 A 993856 F1

Séquence vérifiée par :49.....

Remarques :

Data File Name 1904MixAc01.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 12:02
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 50
 Vial Number 1
 Misc Info Mix Acétate 002 50ng Injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	10,836,103
Etiocholanolone AC	14.29	1.339	272	20,230,020
Androsterone AC	14.54	1.363	272	33,688,913
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.10	1.415	256	19,401,920
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.47	1.450	316	24,332,804
11 KetoEtiocholanolone AC	16.96	1.590	271	24,856,944
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.02	1.783	284	23,256,614

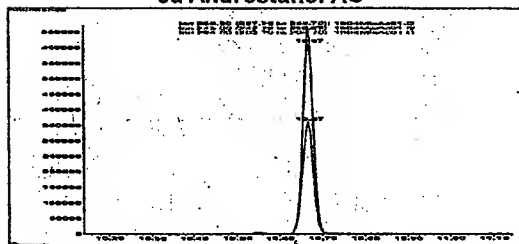
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,646,408	107.5
Etiocholanolone AC	257	12,986,628	64.2
Androsterone AC	257	14,550,597	43.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	16,838,134	86.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,152,584	62.3
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,132,402	89.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,352,599	57.4

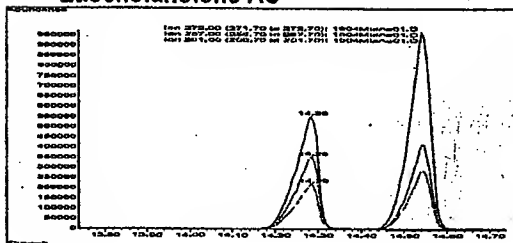
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,399,700	59.1
Etiocholanolone AC	201	8,027,361	39.7
Androsterone AC	218	10,490,644	31.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,236,782	78.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	12,531,331	51.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	14,422,066	58.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	6,437,356	27.7

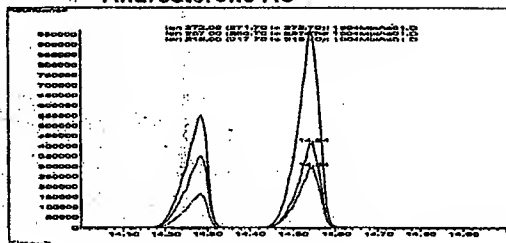
5a Androstanol AC



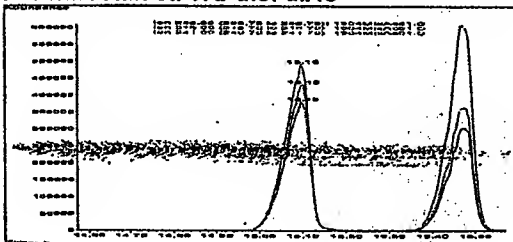
Etiocholanolone AC



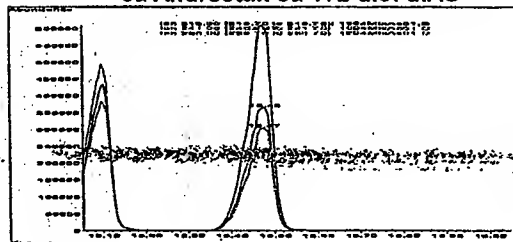
Androsterone AC



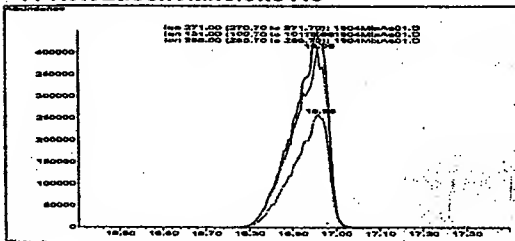
5b Androstan 3a 17b diol diAC



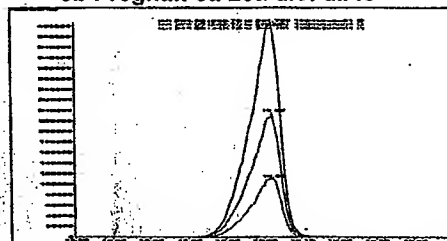
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Ms22\2007\Avril07\1904\1904MixAc02.D

Data File Name 1904MixAc02.D

Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1904\

Operator 49

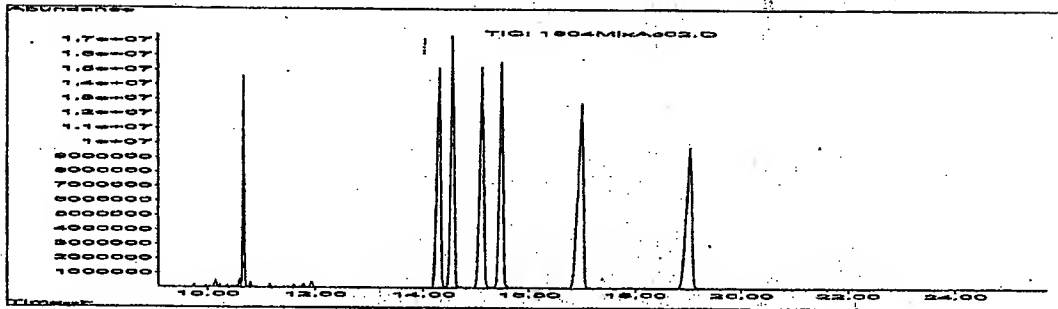
Date Acquired 4/19/2007 12:33

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Mix Ac 100

Vial Number 2

Misc Info Mix Acétate 002 100ng Injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	21,099,180
Etiocholanolone AC	14.32	1.342	272	38,243,693
Androsterone AC	14.58	1.366	272	63,571,517
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.418	256	37,961,866
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.454	316	49,942,763
11 KetoEtiocholanolone AC	17.02	1.595	271	48,955,423
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.08	1.787	284	46,424,780

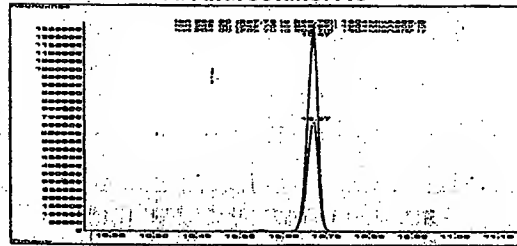
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	22,498,847	106.6
Etiocholanolone AC	257	24,672,655	64.5
Androsterone AC	257	27,963,794	44.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	33,982,361	89.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	29,734,044	59.5
11 KetoEtiocholanolone AC	191	41,649,325	85.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	26,532,877	57.2

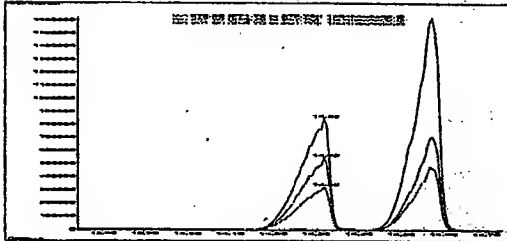
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	12,223,233	57.9
Etiocholanolone AC	201	15,136,571	39.6
Androsterone AC	218	19,689,948	31.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	29,499,659	77.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	25,199,810	50.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	29,014,443	59.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,573,886	27.1

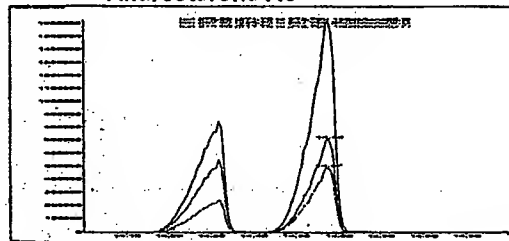
5a Androstanol AC



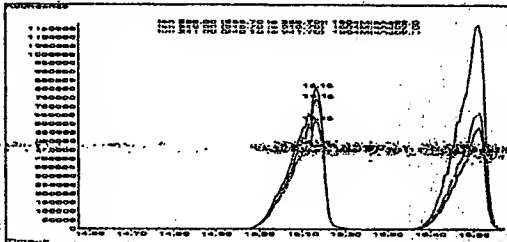
Etiocholanolone AC



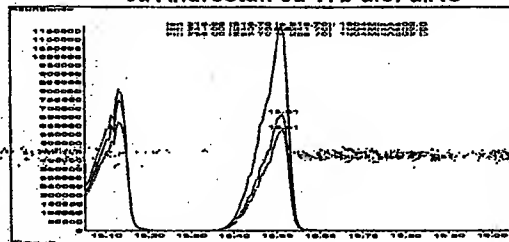
Androsterone AC



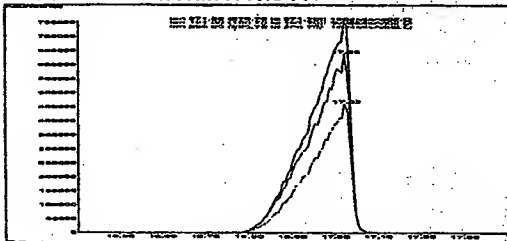
5b Androstan 3a 17b diol diAC



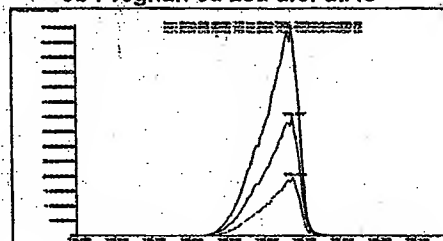
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

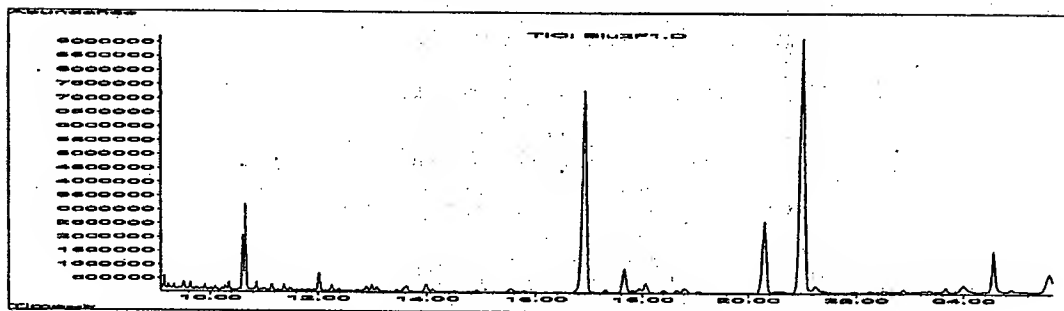


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Ms22\2007\Avril07\1904\Blu2F1.D

Data File Name Blu2F1.D
 Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 19:35
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 2 F1
 Vial Number 13
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	3,952,016
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocolanolone AC	16.94	1.589	271	20,944,222
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

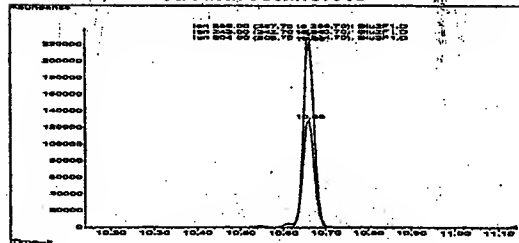
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,205,964	106.4
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	18,852,552	90.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

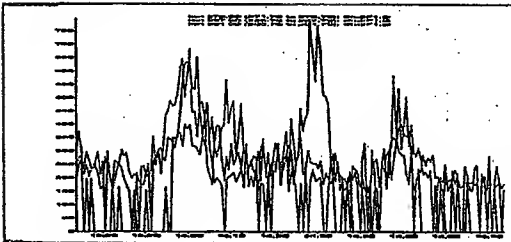
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,351,403	59.5
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	286	12,328,863	58.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

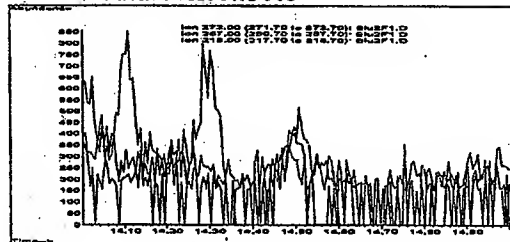
5a Androstanol AC



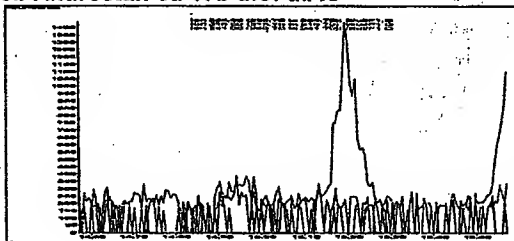
Etiocholanolone AC



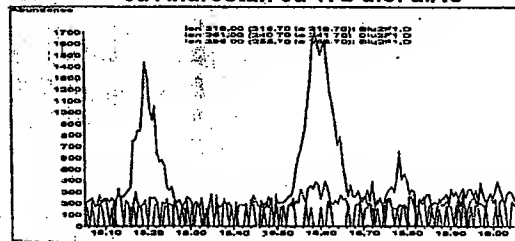
Androsterone AC



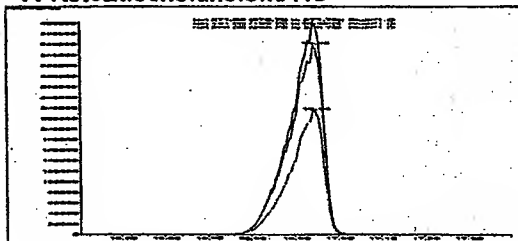
5b Androstan 3a 17b diol diAC



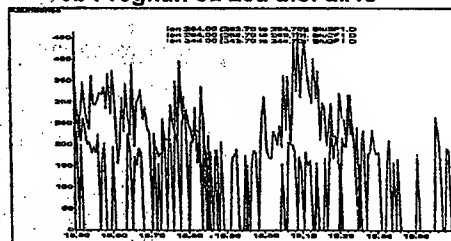
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

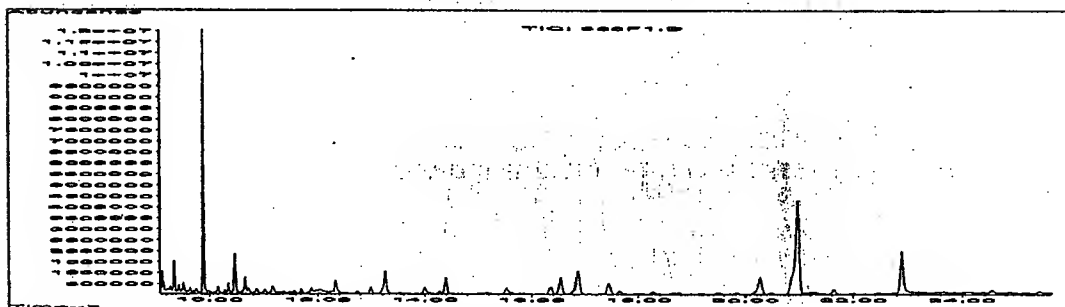


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MsD22\2007\Avril07\1904\856F1.D

Data File Name 856F1.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 20:08
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993856 F1
 Vial Number 14
 Misc Info A 993856 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	721,750
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocolanolone AC	16.86	1.582	271	2,481,997
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

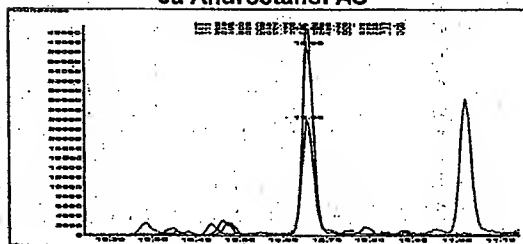
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	797,057	110.4
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	2,267,483	91.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

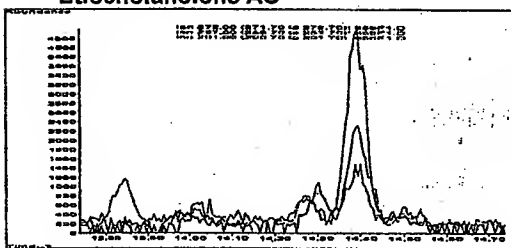
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	481,609	66.7
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	286	1,495,783	60.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

36

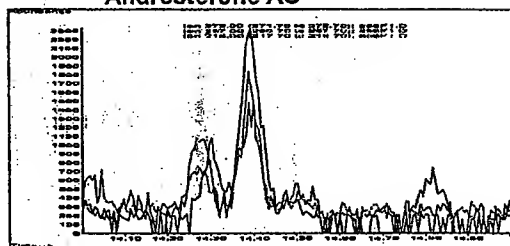
5a Androstanol AC



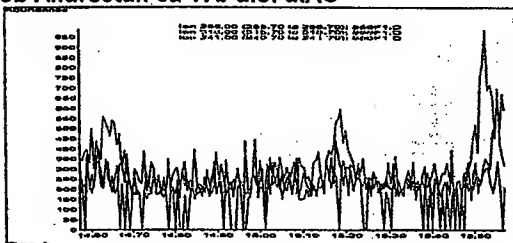
Etiochoanolone AC



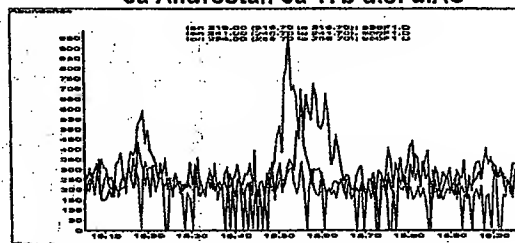
Androsterone AC



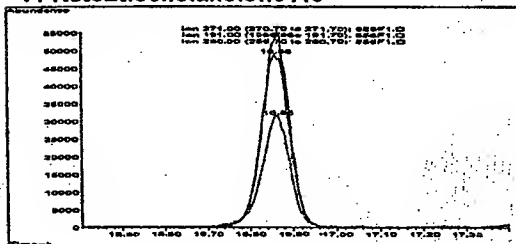
5b Androstan 3a 17b diol diAC



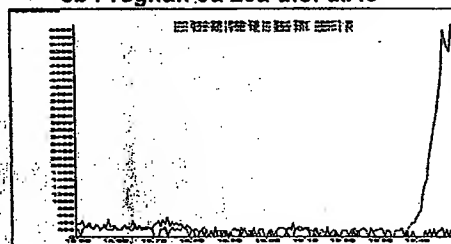
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiochoanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu2F2.D

Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1904\

Operator 49

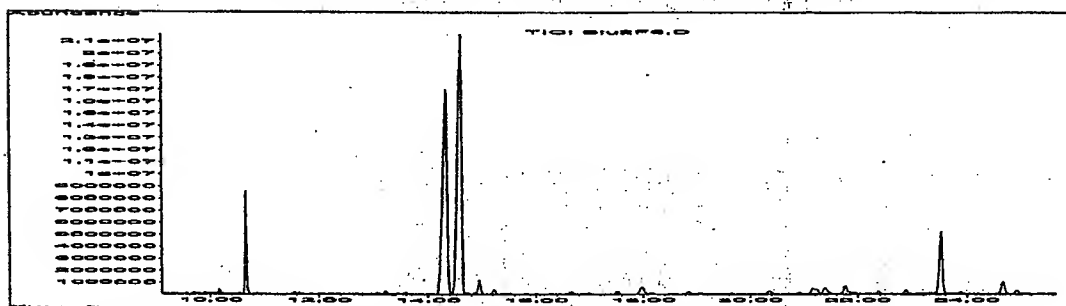
Date Acquired 4/19/2007 18:29

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 2 F2

Vial Number 11

Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL

**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	11,641,972
Etiocholanolone AC	14.34	1.344	272	49,765,412
Androsterone AC	14.62	1.371	272	100,394,771
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

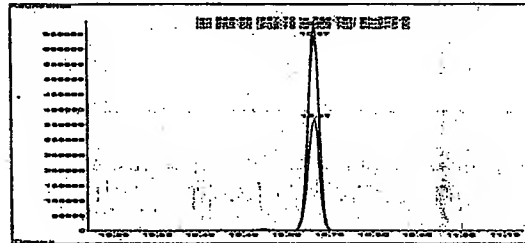
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	12,565,784	107.9
Etiocholanolone AC	257	31,534,538	63.4
Androsterone AC	257	43,249,010	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

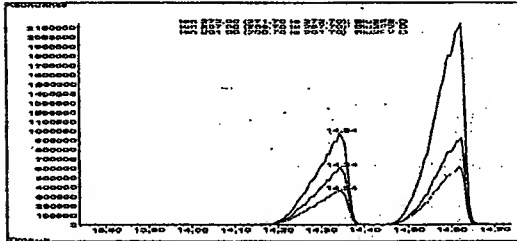
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,774,260	58.2
Etiocholanolone AC	201	19,701,277	39.6
Androsterone AC	218	30,991,744	30.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

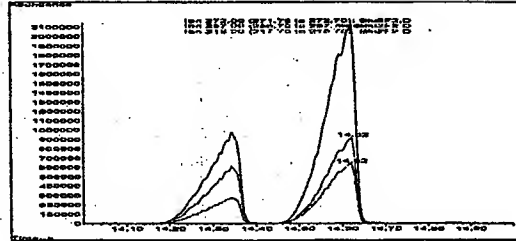
5a Androstanol AC



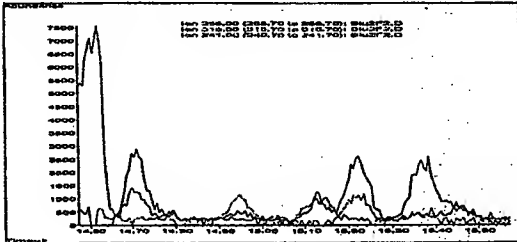
Etiocholanolone AC



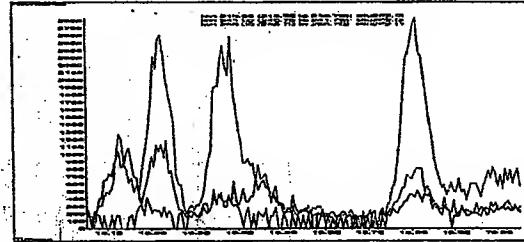
Androsterone AC



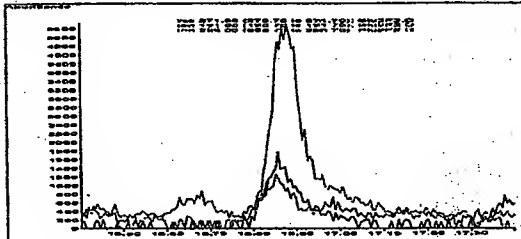
5b Androstan 3a 17b diol diAC



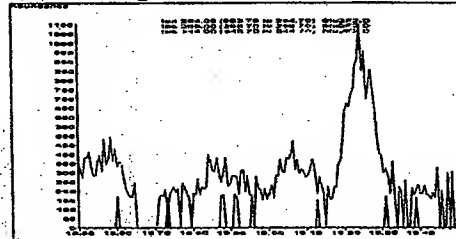
5a Androstan 3a 17b diol diAC



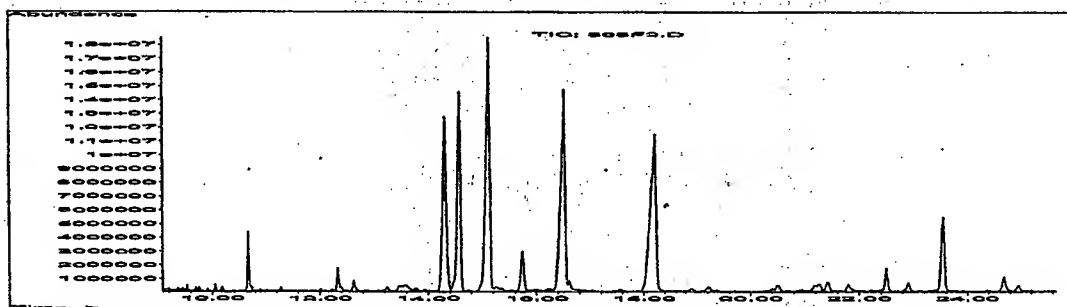
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 856F2.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 19:03
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993856 F2
 Vial Number 12
 Misc Info A 993856 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	5,386,150
Etiocholanolone AC	14.33	1.342	272	29,402,378
Androsterone AC	14.59	1.367	272	51,156,185
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

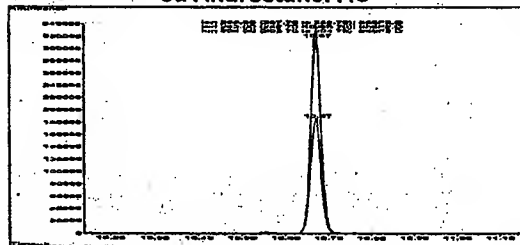
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,810,507	107.9
Etiocholanolone AC	257	18,763,036	63.8
Androsterone AC	257	22,279,324	43.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

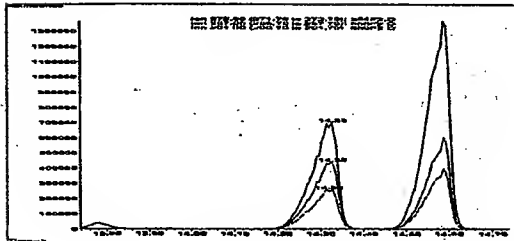
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,242,955	60.2
Etiocholanolone AC	201	11,405,652	38.8
Androsterone AC	218	15,573,008	30.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

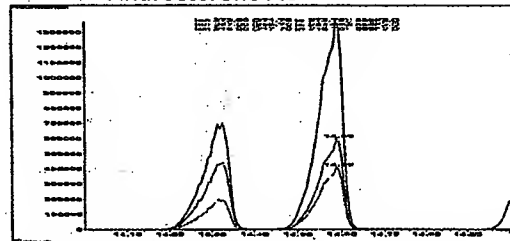
5a Androstanol AC



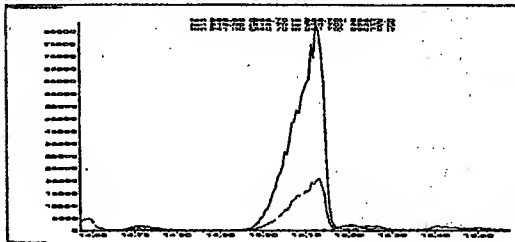
Etiocholanolone AC



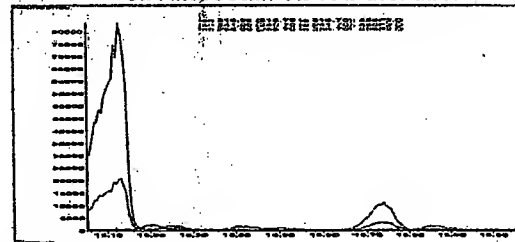
Androsterone AC



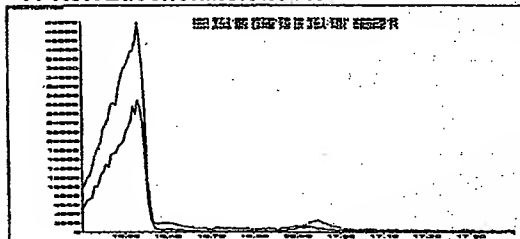
5b Androstan 3a 17b diol diAC



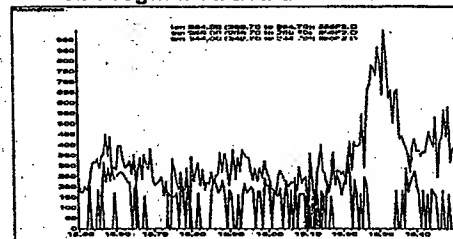
5a Androstan 3a 17b diol diAC



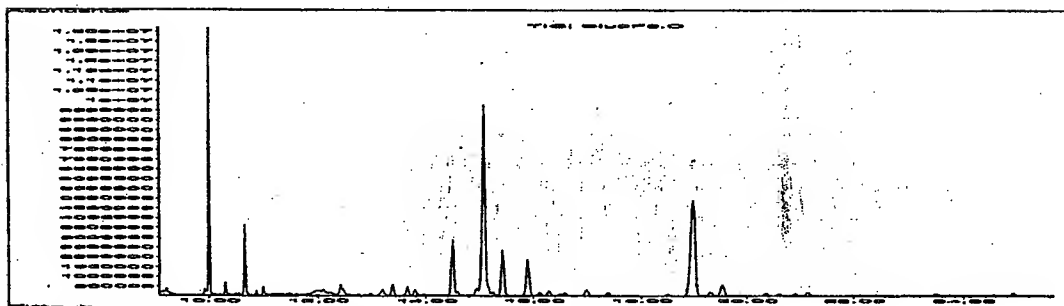
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu2F3.D
 Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 17:24
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 2 F3
 Vial Number 9
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	4,655,749
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.09	1.415	256	17,171,340
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.42	1.447	316	4,758,897
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.01	1.783	284	17,786,657

M2 signal

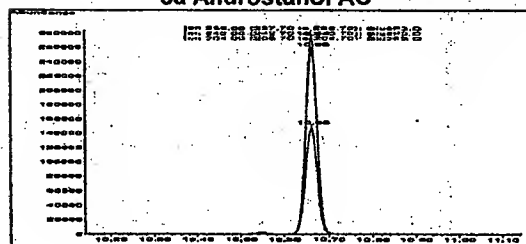
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,006,319	107.5
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,549,709	84.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,149,455	66.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	10,255,804	57.7

M3 signal

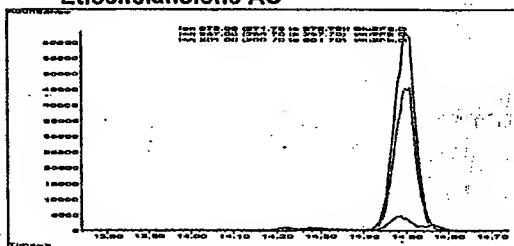
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,699,552	58.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	13,598,058	79.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,573,934	54.1
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,846,875	27.3

42

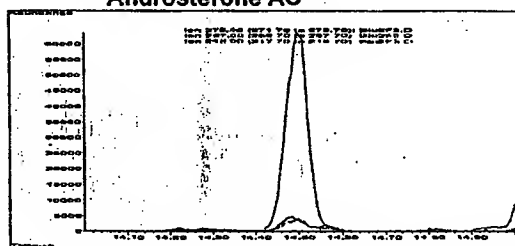
5a Androstanol AC



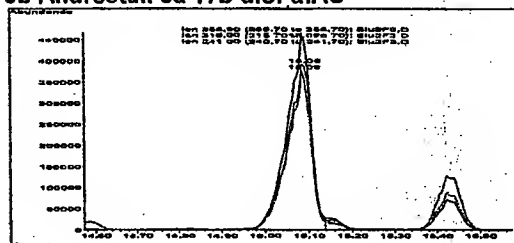
Etiocholanolone AC



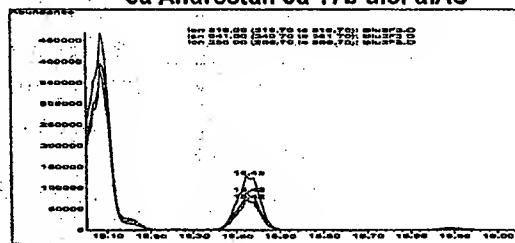
Androsterone AC



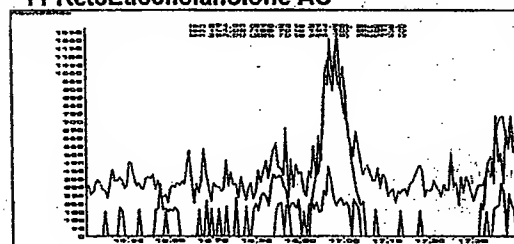
5b Androstan 3a 17b diol diAC



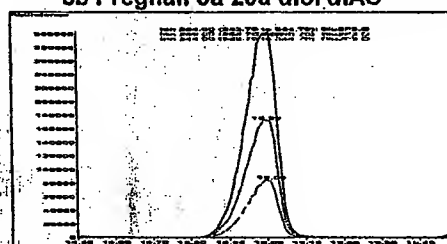
5a Androstan 3a 17b diol diAC



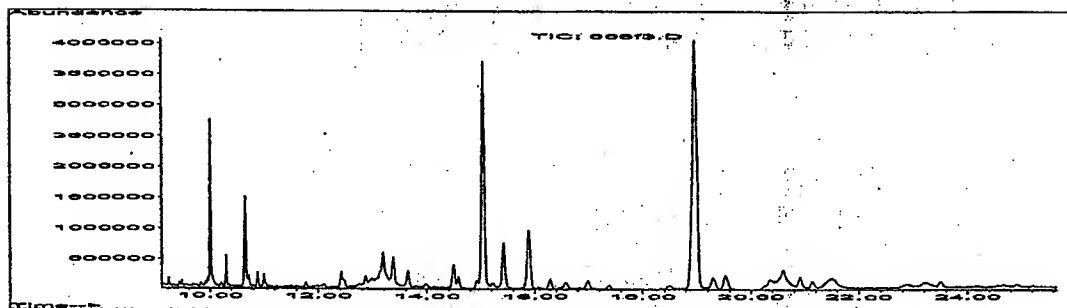
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 856f3.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 17:57
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993856 F3
 Vial Number 10
 Misc Info A 993856 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	1,765,965
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.05	1.412	256	5,976,401
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.445	316	1,572,917
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.98	1.780	284	13,860,504

M2 signal

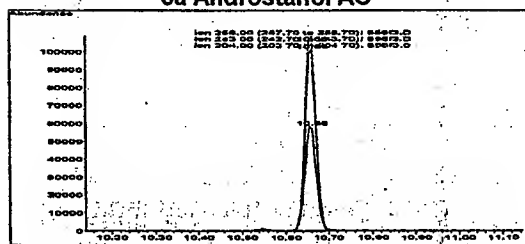
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,914,361	108.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	5,052,931	84.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,053,222	67.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	7,949,605	57.4

M3 signal

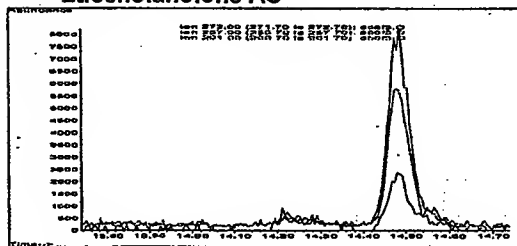
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,034,800	58.6
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	4,796,355	80.3
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	865,187	55.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	3,751,452	27.1

44

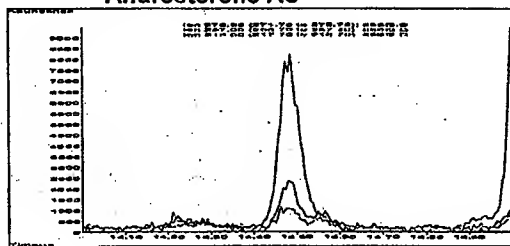
5a Androstanol AC



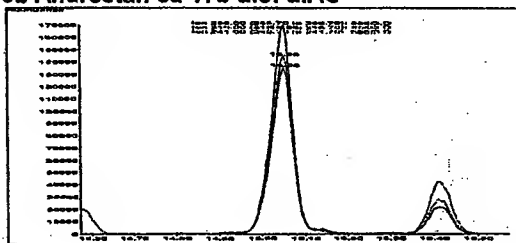
Etiocholanolone AC



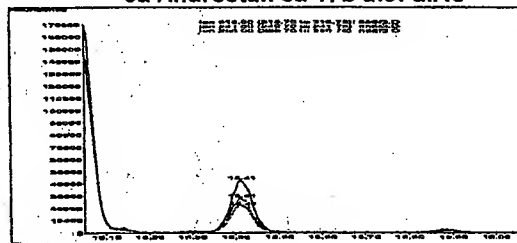
Androsterone AC



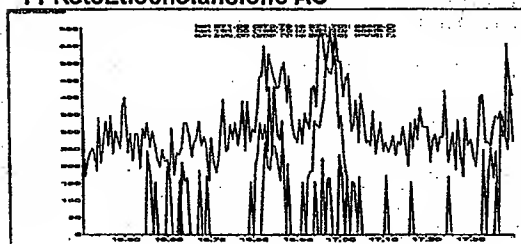
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



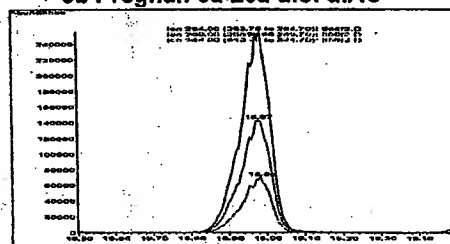
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol dIAC



45

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007 1/1
		VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS

Appareil : *MSD 20* Date : *19/04/07*

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

MSD Ion 69 ou 219 majoritaire
Abondance de l'ion 502 > 3%
18/69 (H₂O), 28/69 (N₂), 32/69 (O₂), 44/69 (CO₂) < 10%

Oui	Non	Code op
<i>x</i>		<i>49</i>
<i>x</i>		<i>49</i>
<i>x</i>		<i>49</i>

Observations :

2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	<i>1904 Nix Ac 01</i>	<i>x</i>		<i>49</i>
Mix	<i>1904 Nix Ac 02</i>	<i>x</i>		<i>49</i>
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

Observations éventuelles du responsable :

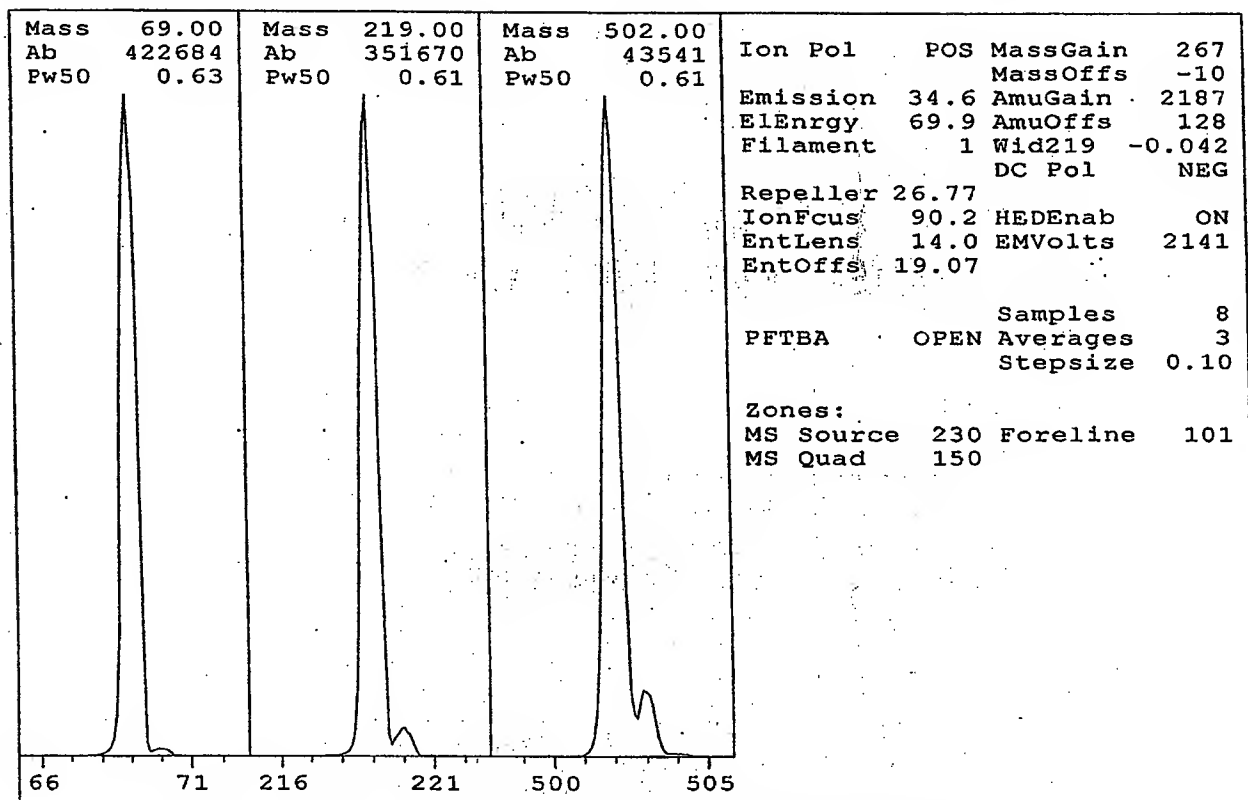
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

46

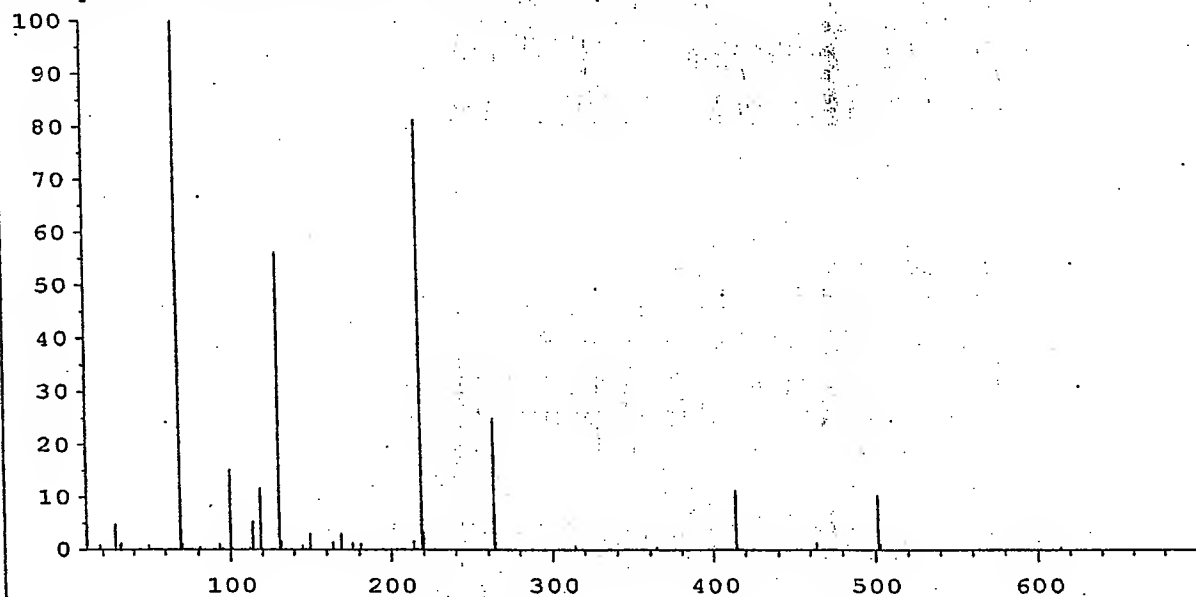
Thu Apr 19 10:39:43 2007
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
112 peaks Base: 69.00 Abundance: 373696



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	373696	100.00	70.00	4161	1.11
219.00	304128	81.38	220.00	12487	4.11
502.00	39144	10.47	503.00	4225	10.79

47

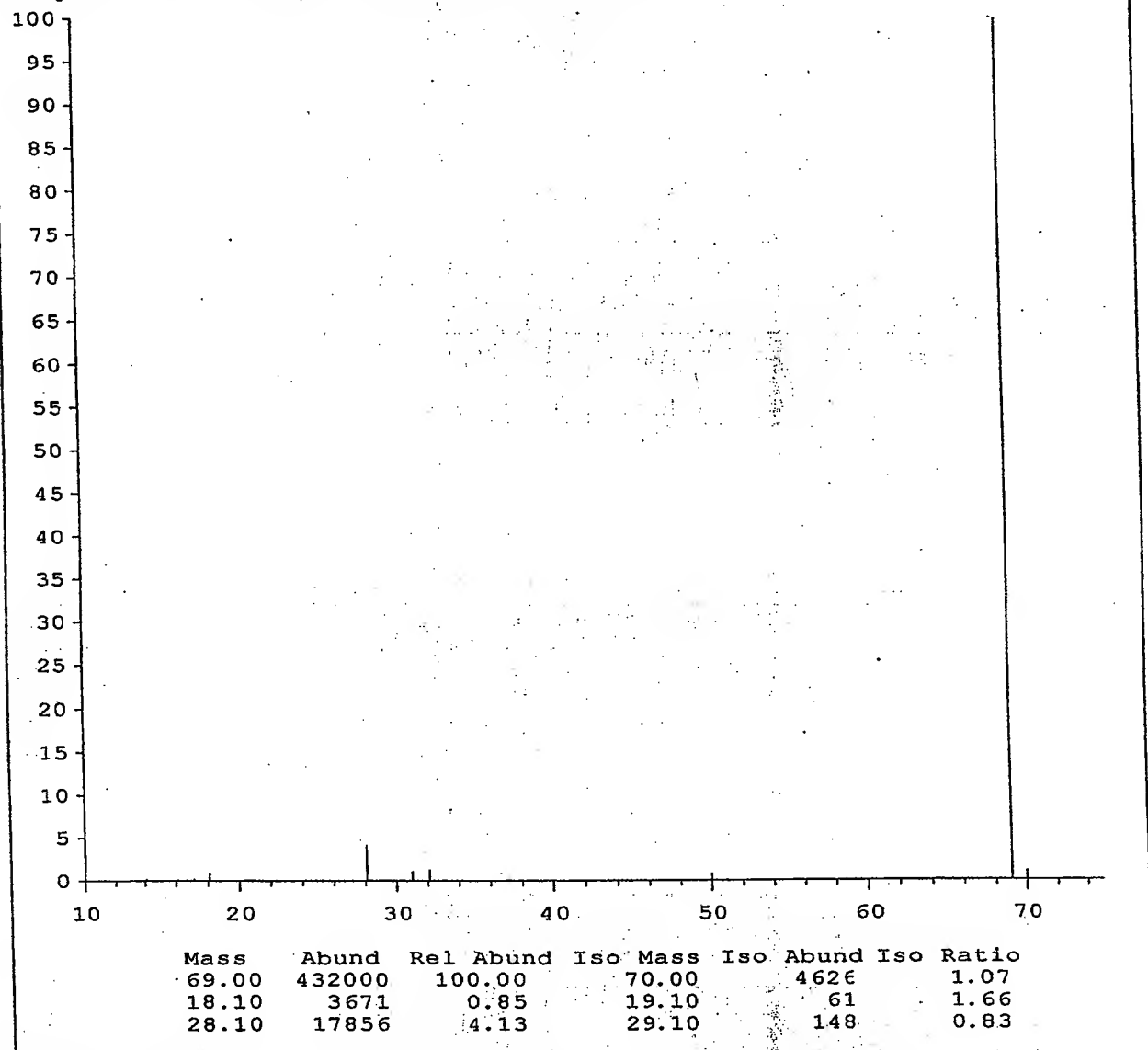
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Thu Apr 19 11:49:49 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
67 peaks Base: 69.00 Abundance: 432000



Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.85	Water%
28/69 = 4.13	Nitrogen%
32/69 = 1.28	Oxygen%
44/69 = 0.10	Carbon Dioxide%
28/18 = 486.41	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

Tolérances sur le tr et le trr : +/- 1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Pour les abondances relatives

> 50%	il est admis	+/- 10% (en absolu) de variation
25 < ab < 50%		+/- 20% (en relatif)
< 25%		+/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,67	10,66	10,67	10,66
Fichier	1904MixAc01	856F1	856F2	856F3

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,96	1,590	100	89,0	58,0	16,86	1,582	100	91,4	60,3
Tolérance basse	16,79	1,574		79,0	48,0					
Tolérance haute	17,13	1,606		99,0	68,0					

Concordance des Tr : oui ☒ non ☐

Concordance des Trr : oui ☒ non ☐

Concordance globale des abondances relatives : oui ☒ non ☐

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,29	1,339	100	64,2	39,7	14,33	1,342	100	63,8	38,8
Tolérance basse	14,15	1,326		54,2	31,8					
Tolérance haute	14,43	1,352		74,2	47,6					

Concordance des Tr : oui ☒ non ☐

Concordance des Trr : oui ☒ non ☐

Concordance globale des abondances relatives : oui ☒ non ☐

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Androstérone AC

Fichier :

856F2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,54	1,363	100	43,2	31,1	14,59	1,367	100	43,6	30,4
Tolérance basse	14,39	1,349		34,6	24,9					
Tolérance haute	14,69	1,377		51,8	37,3					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIG.

Substance caractérisée :

5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

856F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,10	1,415	100	86,8	78,5	15,05	1,412	100	84,5	80,3
Tolérance basse	14,95	1,401		76,8	68,5					
Tolérance haute	15,25	1,429		96,8	88,5					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

856F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,47	1,450	100	62,3	51,5	15,41	1,445	100	67,0	55,0
Tolérance basse	15,32	1,436		52,3	41,5					
Tolérance haute	15,62	1,465		72,3	61,5					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Prénane-3a,20a-diol diAC

Fichier :

856F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19,02	1,783	100	57,4	27,7	18,98	1,780	100	57,4	27,1
Tolérance basse	18,83	1,765		47,4	22,2					
Tolérance haute	19,21	1,801		67,4	33,2					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

50

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

Paraphe et code opérateur :

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes :

oui

☒

non

Paraphe et code opérateur :

Date:

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min
Température finale:	45 min
Temps d'analyse:	
Pression constante:	Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

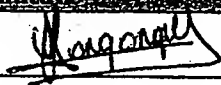
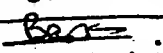
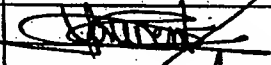
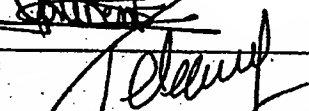
Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

Action	Persnne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

CONFIDENTIEL

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est **URGENTE** et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s) : **n-AN-41 (Vers. B)**

Durée d'application de la modification:

☐ TEMPORAIRE, date de début d'application : date de fin d'application:

☒ DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: **15/01/07**

Modification apportée :

CONFIDENTIEL

- Pour analyser la Testostérone xule, modification des conditions Sn au niveau de la programmation de l'acquisition (n-AN41B pour l'instrument) :

100 RG open	2430 RG close
130 RG close	2460 RG open
160 RG open	2490 RG close
190 RG close	2510 RG open
220 RG open	
250 RG close	
750 HS close	
1150 HS open	
1300 HS close	
1000 HS open	

ASSURANCE QUALITÉ
a f l d
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

[Signature]

Identification par un NUMERO. **95**
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

Masslynx - Sample List

Page 1

Sample List C:\Masslynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\2004.spl
Printed: Sat Apr 21 08:52:02 2007

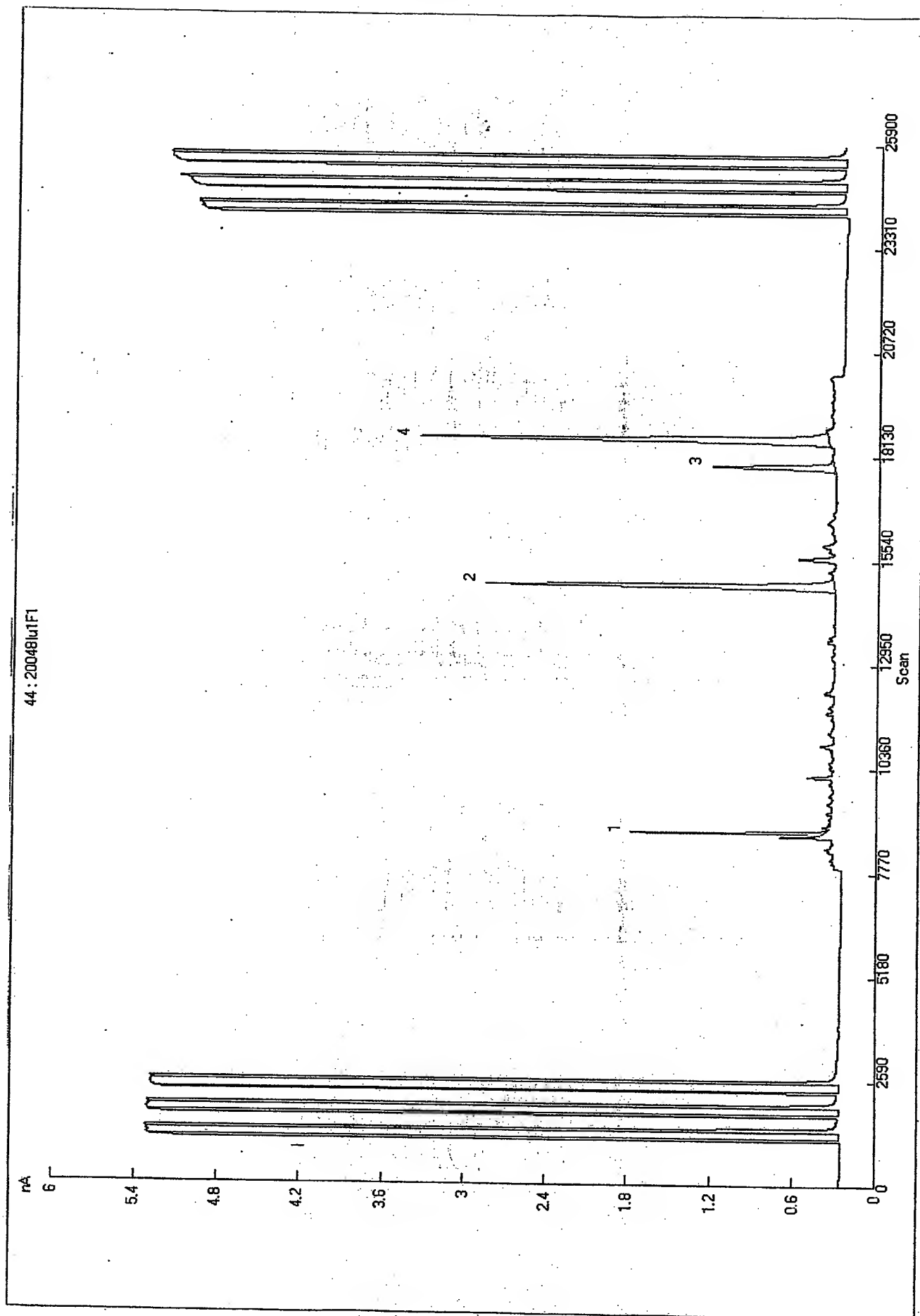
Page Position: (1, 1)

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 2004stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
2 2004stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
3 2004stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
4 2004MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
5 2004MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
6 2004MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
7 2004MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	--
8 2004Blu1F3	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 3/45ul	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	--
9 2004856F3	A 993856 F3/15ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	--
10 2004856F3-2	A 993856 F3/15ul	M-AN41	M-AN41	4	20.000	IsoPrimeDP	--
11 2004Blu1F2	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 2/750ul	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	--
12 2004856F2	A 993856 F2/470ul	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	--
13 2004Blu1F1	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 1/65ul	M-AN41	M-AN41	7	10.000	IsoPrimeDP	--
14 2004856F1	A 993856 F1/20ul	M-AN41	M-AN41	8	30.000	IsoPrimeDP	--
15 2004Blu2F3	Blanc urinaire 2 Pool4 F3/45ul	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	--
16 2004425F3	A 825425 F3/20ul	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	--
17 2004Blu2F2	Blanc urinaire 2 Pool4 F2/750ul	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	--
18 2004425F2	A 825425 F2/350ul	M-AN41	M-AN41	12	30.000	IsoPrimeDP	--
19 2004Blu2F1	Blanc urinaire 2 Pool4 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	13	10.000	IsoPrimeDP	--
20 2004425F1	A 825425 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	14	10.000	IsoPrimeDP	--
21 2004MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	--

Séquence vérifiée par : 49/28

Remarques :

55



5x

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Btu1F1.raw	Acquisition Date: 20/4/07 16:51
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.sp1	Injection Volume: 10
Line: 13	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 1/65ul	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label: Value:	Label: Value:
Ratio 1: 13C -36.3	delta 45 -34.83
Ratio 2: 18O -20	delta 46 -20.06
	wrt: PDB

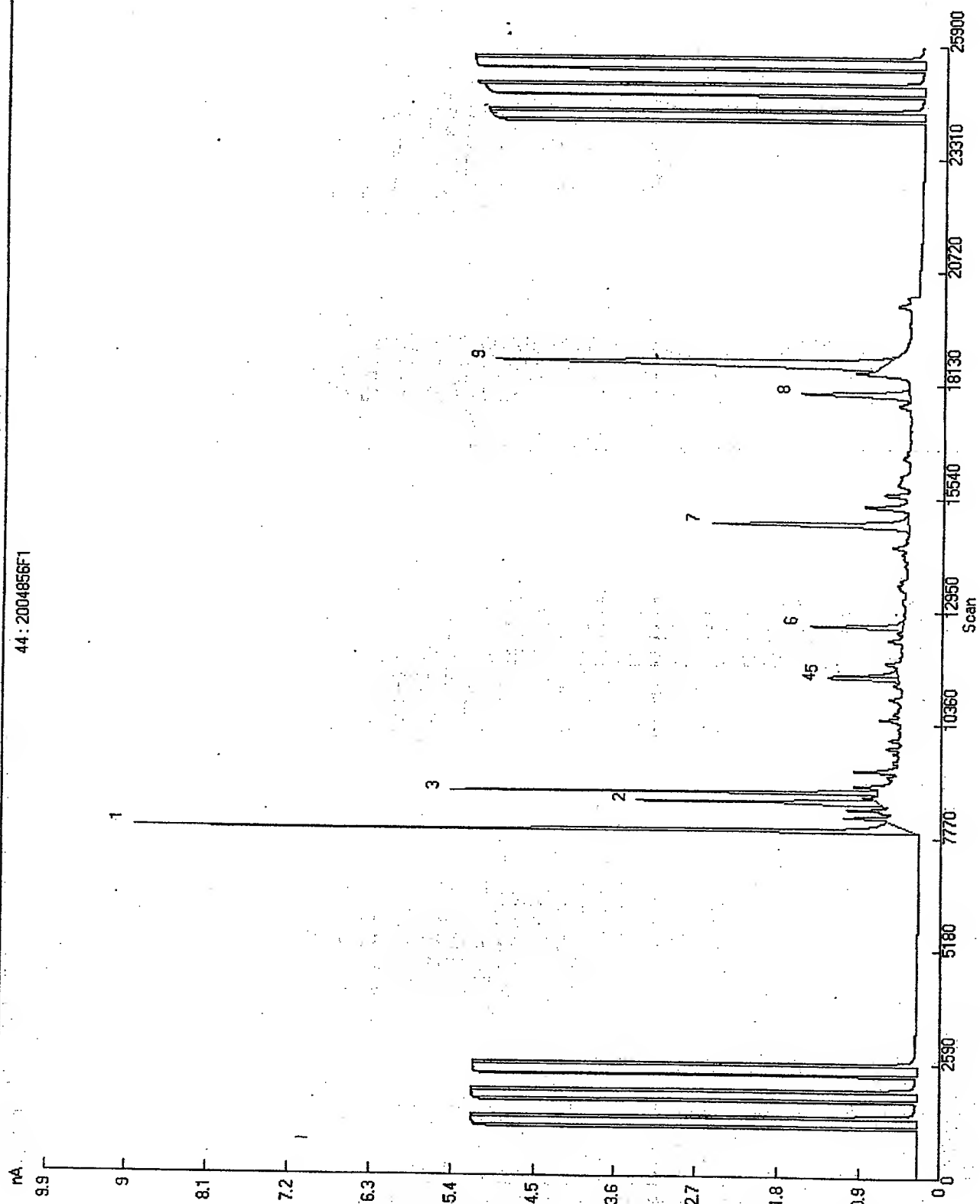
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.03	127.7	1.1679E-02	3.8125E-03
2	5.04	187.5	1.1679E-02	3.8120E-03
3	5.01	247.5	1.1680E-02	3.8113E-03
8	4.71	2427.5	1.1680E-02	3.8126E-03
9	4.78	2487.4	1.1681E-02	3.8122E-03
10	4.92	2547.4	1.1680E-02	3.8120E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8121E-03
Std Dev of fit (%): 0.03 0.12

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	127.7	1.39	6.3121E-09	1.1731E-02	4.39	-30.82	3.7028E-03	-28.87	-48.13	-18.78
2	187.5	2.54	2.5289E-08	1.1800E-02	10.31	-24.72	3.7022E-03	-28.83	-48.31	-18.94
3	1790.6	0.69	8.7836E-09	1.1789E-02	9.35	-25.70	3.7021E-03	-28.87	-48.34	-18.97
4	1860.4	2.88	3.2655E-08	1.1799E-02	10.15	-24.89	3.7027E-03	-28.73	-48.21	-18.83

44 : 2004856F1



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004856F1.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2004.sp
Line: 14
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: A 993856 F1/20ul

Acquisition Date: 20/4/07 17:36
Weight: 0.00
Injection Volume: 30
Bottle:
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

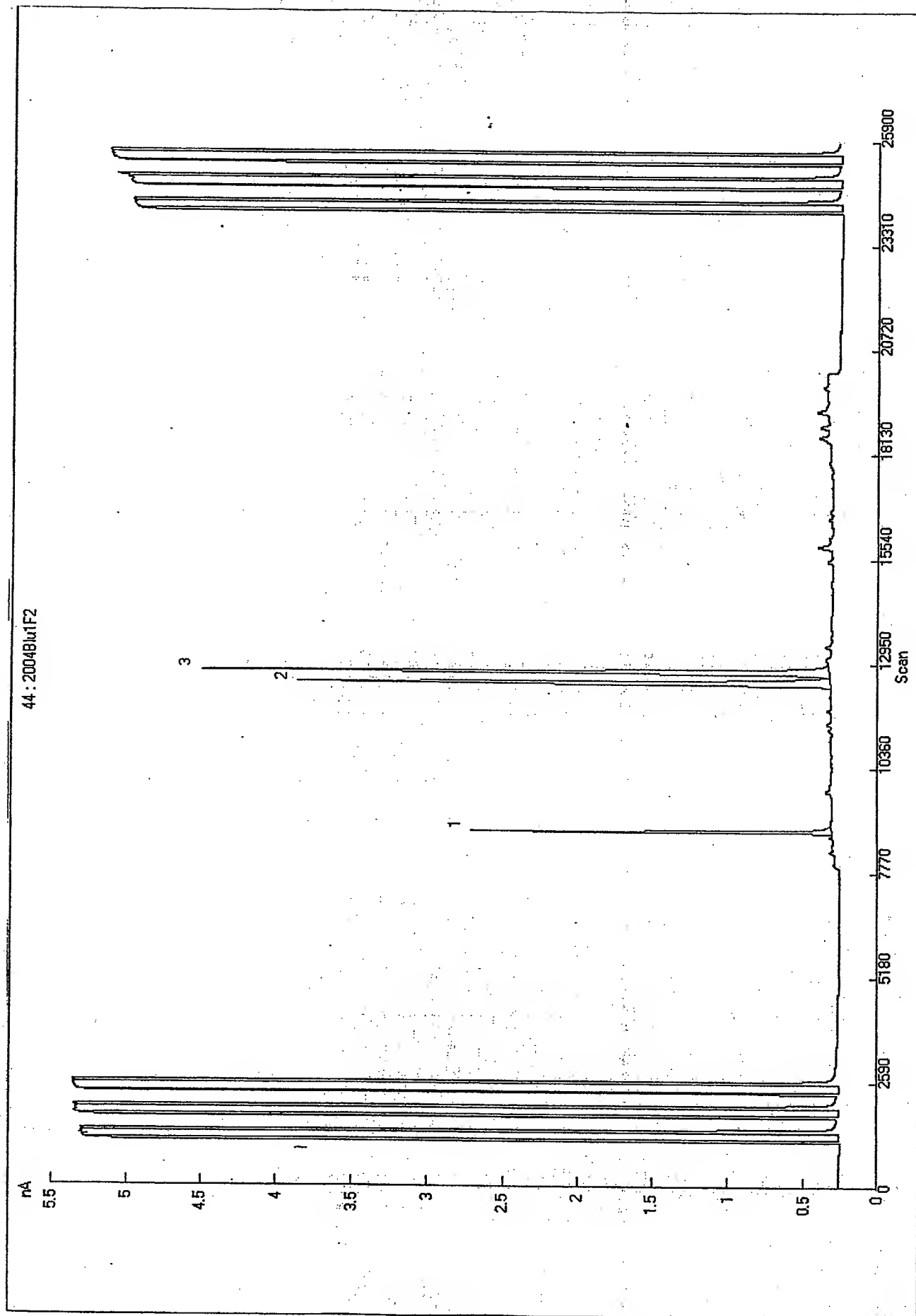
Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Crag					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.08	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.93	127.6	1.1879E-02	3.8124E-03
2	4.92	187.4	1.1879E-02	3.8117E-03
3	4.91	247.4	1.1879E-02	3.8108E-03
13	4.79	2427.5	1.1681E-02	3.8117E-03
14	4.86	2487.5	1.1680E-02	3.8120E-03
15	4.97	2547.5	1.1680E-02	3.8121E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8118E-03
Std Dev of fit (%): 0.03 0.14

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	794.1	8.58	4.8825E-08	1.1654E-02	-2.22	-37.64	3.7027E-03	-28.60	-48.05	-18.87
2	860.5	2.64	1.6566E-08	1.1735E-02	4.76	-30.44	3.7029E-03	-28.56	-48.03	-18.65
3	889.9	4.71	2.1858E-08	1.1725E-02	3.86	-31.38	3.7028E-03	-28.57	-48.03	-18.66
4	1144.5	0.78	4.9113E-09	1.1896E-02	1.42	-33.86	3.7000E-03	-28.33	-48.77	-19.42
5	1149.1	0.75	5.1482E-09	1.1878E-02	-0.14	-35.57	3.7117E-03	-28.26	-45.76	-18.31
6	1282.2	1.03	7.5468E-09	1.1746E-02	5.88	-29.47	3.6989E-03	-29.61	-49.06	-19.71
7	1485.5	2.16	2.0585E-08	1.1808E-02	10.96	-24.06	3.7010E-03	-29.08	-48.55	-19.19
8	1794.3	1.19	1.2158E-08	1.1783E-02	8.82	-26.24	3.7004E-03	-29.24	-48.70	-19.35
9	1867.7	4.34	5.4511E-08	1.1800E-02	10.31	-24.71	3.7020E-03	-28.82	-48.30	-18.93



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Blu1F2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 15:22
Project: controla2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 20
Line: 11	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 2/750ul	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label: Value:	
Ratio 1: 13C -38.3	
Ratio 2: 18O -20	
Molecular delta	
Label: Value:	
delle 45 -34.63	
delta 48 -20.06	
wrt: PDB	
PDB	

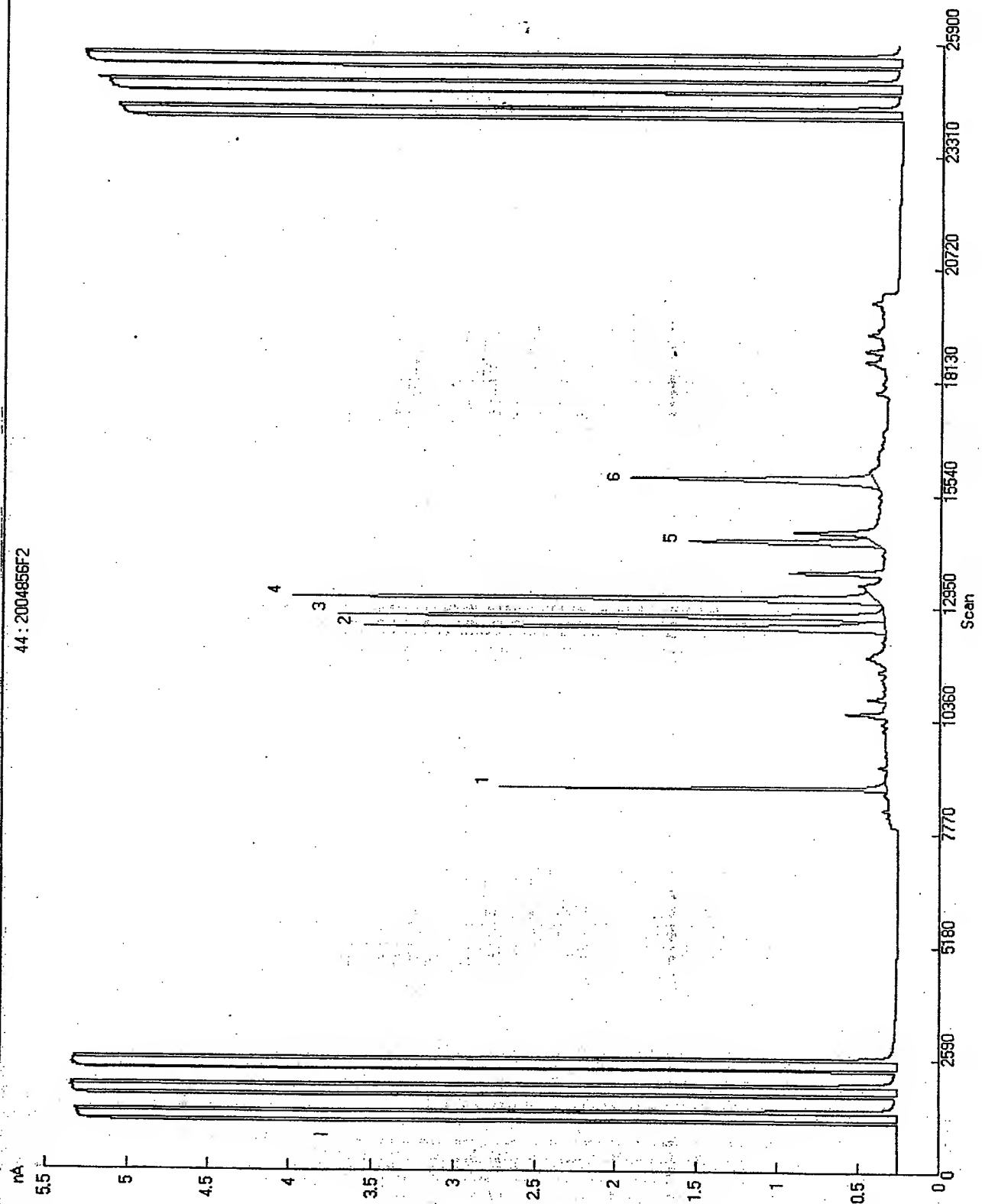
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.04	127.7	1.1680E-02	3.8119E-03
2	5.08	187.5	1.1680E-02	3.8114E-03
3	5.09	247.6	1.1680E-02	3.8105E-03
7	4.72	2427.5	1.1681E-02	3.8127E-03
8	4.75	2487.4	1.1680E-02	3.8133E-03
9	4.87	2547.5	1.1680E-02	3.8134E-03

Mean: 1.1880E-02 3.8122E-03
Std Dev of fit (%): 0.03 0.18

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.7	2.40	1.1535E-08	1.1733E-02	4.53	-30.67	3.7014E-03	-28.97	-48.43	-19.07
2	187.5	3.54	3.0019E-08	1.1792E-02	9.80	-25.46	3.7026E-03	-28.73	-48.20	-18.83
3	247.6	4.18	3.2873E-08	1.1802E-02	10.39	-24.65	3.7030E-03	-28.63	-48.10	-18.73

44 : 2004856F2



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004856F2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 16:07
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 20
Line: 12	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993856 F2/470ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
-Label:		Value:	Molecular delta			
Ratio 1: 13C		-38.3	Label: delta 45		-34.63	PDB
Ratio 2: 18O		-20	Label: delta 46		-20.06	PDB

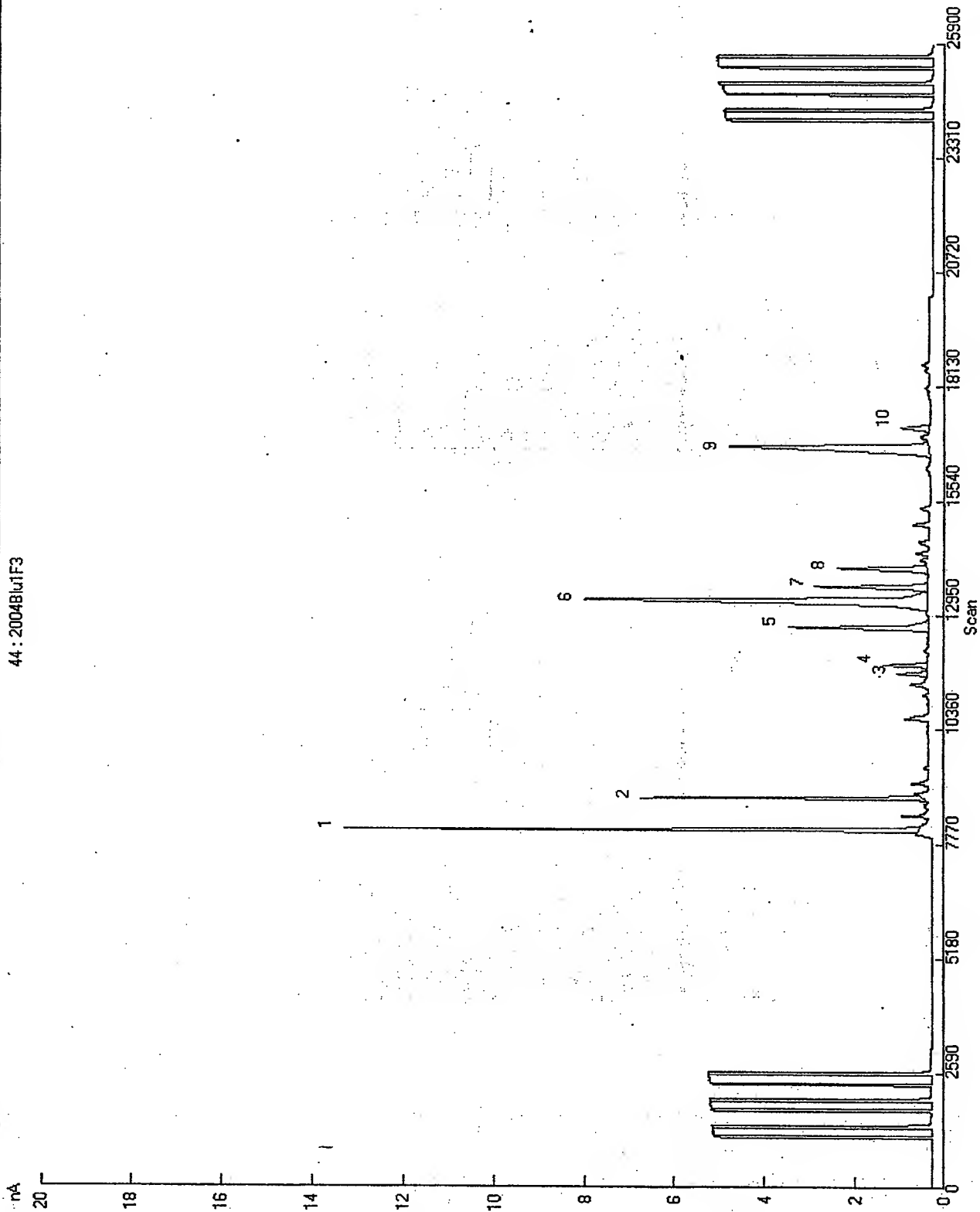
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.03	127.7	1.1680E-02	3.8118E-03
2	5.06	187.5	1.1680E-02	3.8112E-03
3	5.07	247.5	1.1680E-02	3.8107E-03
10	4.81	2427.8	1.1680E-02	3.8118E-03
11	4.89	2487.5	1.1681E-02	3.8129E-03
12	5.03	2547.6	1.1680E-02	3.8126E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8119E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.15

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.7	2.38	1.1447E-08	1.1735E-02	4.70	-30.51	3.7029E-03	-28.52	-47.99	-18.81
2	187.5	3.21	2.7415E-08	1.1795E-02	9.83	-25.21	3.7015E-03	-28.93	-48.40	-19.04
3	247.5	3.33	2.5339E-08	1.1806E-02	10.74	-24.27	3.7016E-03	-28.93	-48.40	-19.03
4	1317.5	3.58	2.8521E-08	1.1704E-02	2.05	-33.22	3.7011E-03	-29.05	-48.60	-19.13
5	1447.7	1.14	1.1137E-08	1.1750E-02	6.00	-29.15	3.7001E-03	-29.33	-48.78	-19.43
6	1592.7	1.50	1.6909E-08	1.1739E-02	4.99	-30.18	3.6997E-03	-29.46	-48.91	-19.56

44:2004BlutF3



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Blu1F3.raw	Acquisition Date: 20/4/07 13:08
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 30
Line: 8	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 3/45ul	

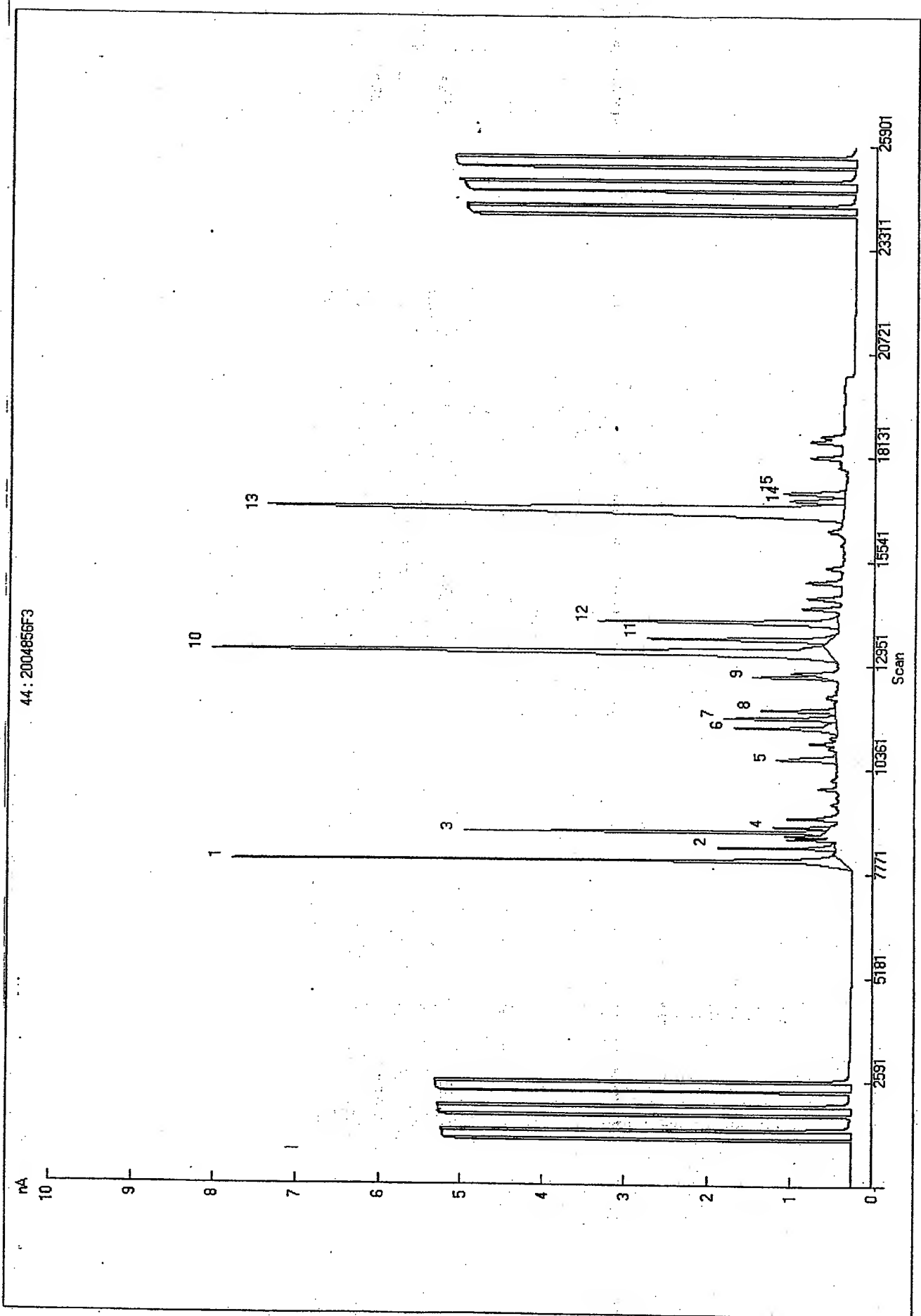
Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.86	127.5	1.1681E-02	3.8115E-03
2	4.93	187.4	1.1681E-02	3.8105E-03
3	4.95	247.4	1.1681E-02	3.8096E-03
14	4.82	2427.4	1.1681E-02	3.8128E-03
15	4.68	2487.3	1.1681E-02	3.8132E-03
16	4.79	2547.4	1.1681E-02	3.8134E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8115E-03
Std Dev of fit (%): 0.01 0.20

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	810.2	12.74	5.9628E-08	1.1797E-02	8.92	-25.13	3.7033E-03	-28.32	-47.80	-18.41
2	888.18	6.29	3.0204E-08	1.1732E-02	4.38	-30.84	3.7022E-03	-28.62	-48.09	-18.71
3	1183.7	0.67	4.4198E-09	1.1813E-02	11.29	-23.69	3.7002E-03	-29.23	-48.70	-19.34
4	1183.6	1.01	6.4249E-09	1.1744E-02	5.39	-29.79	3.7010E-03	-29.03	-48.49	-19.13
5	1268.8	3.12	2.4630E-08	1.1763E-02	7.07	-28.05	3.7016E-03	-28.68	-48.36	-18.98
6	1331.33	7.66	9.0638E-08	1.1769E-02	7.58	-27.54	3.7028E-03	-28.59	-48.06	-18.89
7	1364.4	2.53	1.8793E-08	1.1763E-02	7.02	-28.31	3.7015E-03	-28.94	-48.40	-19.04
8	1402.7	2.04	1.8526E-08	1.1771E-02	7.73	-27.38	3.7007E-03	-29.16	-48.63	-19.27
9	1629.12	4.43	5.9030E-08	1.1779E-02	8.38	-26.70	3.7011E-03	-29.14	-48.60	-19.24
10	1721.2	0.64	5.7818E-09	1.1784E-02	8.84	-26.23	3.7011E-03	-29.16	-48.62	-19.28



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004856F3.raw	Acquisition Date: 20/4/07 13:53
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 30
Line: 9	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB-251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993858 F3/15ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
		Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2:	18O	-20	delta 48	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.96	127.8	1.1681E-02	3.8119E-03
2	5.01	187.5	1.1881E-02	3.8108E-03
3	5.05	247.5	1.1681E-02	3.8101E-03
19	4.73	2427.5	1.1681E-02	3.8124E-03
20	4.75	2487.5	1.1680E-02	3.8132E-03
21	4.87	2547.5	1.1680E-02	3.8134E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8120E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.20

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	809.0	7.39	3.9798E-08	1.1793E-02	9.82	-25.43	3.7018E-03	-28.79	-48.26	-18.89
2	840.9	1.44	7.0721E-09	1.1789E-02	9.30	-25.76	3.7002E-03	-29.20	-48.66	-19.31
3	881.2	4.38	2.0227E-08	1.1733E-02	4.48	-30.74	3.7015E-03	-28.87	-48.33	-18.96
4	892.3	0.88	3.0813E-09	1.1783E-02	7.08	-28.08	3.7024E-03	-28.65	-48.12	-18.75
5	1081.6	0.74	7.0415E-09	1.1784E-02	7.18	-27.96	3.7016E-03	-28.89	-48.35	-18.88
6	1140.8	1.25	9.8677E-09	1.1771E-02	7.78	-27.35	3.7020E-03	-28.81	-48.28	-18.91
7	1164.9	1.38	9.0538E-09	1.1821E-02	12.05	-22.83	3.7027E-03	-28.64	-48.12	-18.74
8	1185.2	0.91	6.3768E-09	1.1789E-02	7.57	-27.54	3.7017E-03	-28.89	-48.36	-18.99
9	1286.8	0.85	5.0413E-09	1.1744E-02	5.48	-29.70	3.7010E-03	-29.10	-48.56	-19.20
10	1331.7	7.24	8.4023E-08	1.1785E-02	7.28	-27.87	3.7030E-03	-28.57	-48.05	-18.87
11	1361.9	2.18	1.8186E-08	1.1748E-02	5.75	-29.41	3.7014E-03	-29.01	-48.47	-19.10
12	1404.4	2.87	2.3876E-08	1.1784E-02	7.15	-27.97	3.7011E-03	-29.11	-48.67	-19.21
13	1889.2	6.98	1.2332E-07	1.1780E-02	8.50	-28.55	3.7014E-03	-29.07	-48.54	-19.18
14	1708.4	0.67	8.8642E-09	1.1808E-02	10.87	-24.12	3.7002E-03	-29.39	-48.86	-19.51
15	1725.2	0.76	7.2598E-09	1.1798E-02	10.10	-24.90	3.8984E-03	-29.88	-49.33	-20.00

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : A 993356 A 88125

Numéro d'identification de l'appareil : Taxpime 4 1

Instruction de confirmation : I-CONF 31 1

1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre ≥ 10 V

Tune conforme : oui ☒ non ☐

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 %

Stabilité conforme : oui ☒ non ☐

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 00,5 1

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32,71	-28,18	-32,04	-31,02
Ecart-type	0,03	0,05	0,07	0,12

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %

Précision conforme : oui ☒ non ☐

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

4. Calibration de l'Instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:.....

Valeurs obtenues (‰):

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
2004 Mix Cal Acétate 01	-30,55	-20,01	-33,64	-16,34
2004 Mix Cal Acétate 02	-31,16	-19,80	-33,70	-16,41

Intervalle de valeurs acceptables:

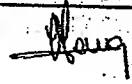

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5‰	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5‰	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui ☒ non ☐

Résultats : CONFORME / NON CONFORME
Rayer la mention inutile

Observations:

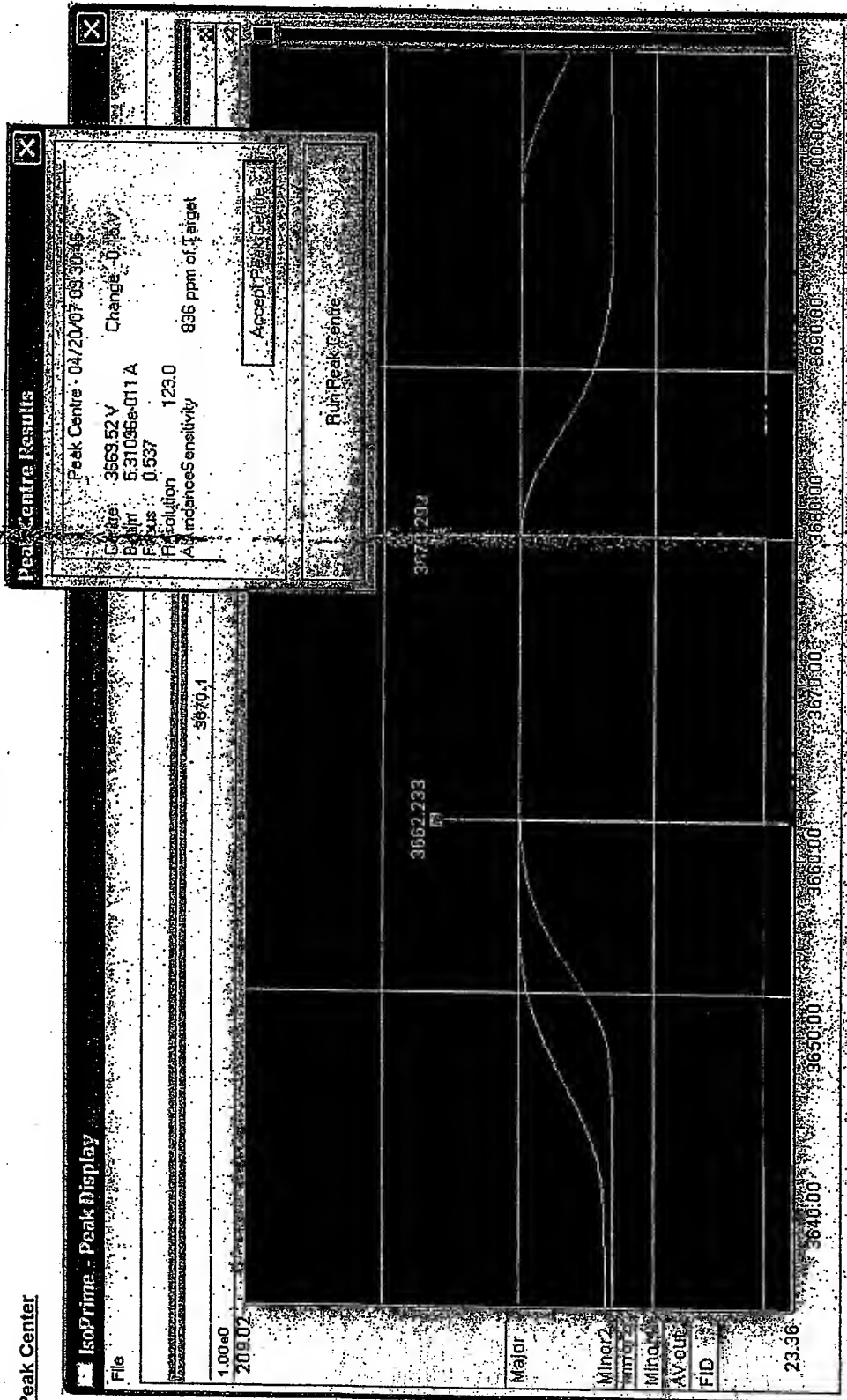
Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
21/04/07	49 	21/04/07	19 

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

20/04/2007

Peak Center



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite1.raw
Project: controls2007.PRO
Sample list: 2004.spl
Line: 1
MS file: Co2 stab
Inlet: GC-combustion
Inlet file: Do Nothing
Sample ID:
Description: test de stabilite

Acqulation Date: 20/4/07 8:38
Weight: 0.00
Injection Volume: 0
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta		wrt: PDB PDB	
Label:	Value:	Label:	Value:		
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63		
Ratio 2: 16O	-20	delta 46	-20.06		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
2	4.65	97.3	1.1681E-02	3.8103E-03
3	4.66	157.3	1.1681E-02	3.8111E-03
4	4.66	217.3	1.1681E-02	3.8105E-03
5	4.66	277.3	1.1681E-02	3.8104E-03
6	4.67	337.3	1.1681E-02	3.8103E-03
7	4.67	397.3	1.1681E-02	3.8102E-03
8	4.68	457.3	1.1681E-02	3.8104E-03
9	4.69	517.3	1.1681E-02	3.8104E-03
10	4.71	577.3	1.1681E-02	3.8101E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8104E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.06

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite2.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2004.spl
Line: 2
MS file: Co2 stab
Inlet: GC-combustion
Inlet file: Do Nothing
Sample ID:
Description: test de stabilite

Acquisition Date: 20/4/07 9:49
Weight: 0.00
Injection Volume: 0
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
		Elemental delta	Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt.
Ratio 1: 13C	-36.3		delta 45	-34.83	PDB
Ratio 2: 18O	-20		delta 46	-20.08	PDB

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.73	37.4	1.1681E-02	3.8101E-03
2	4.74	97.3	1.1881E-02	3.8102E-03
3	4.78	157.4	1.1681E-02	3.8100E-03
4	4.77	217.4	1.1681E-02	3.8102E-03
5	4.81	277.4	1.1681E-02	3.8099E-03
6	4.85	337.4	1.1682E-02	3.8093E-03
7	4.91	397.5	1.1682E-02	3.8087E-03
8	4.97	457.5	1.1682E-02	3.8085E-03
9	4.98	517.5	1.1682E-02	3.8082E-03
10	4.98	577.8	1.1682E-02	3.8080E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8093E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.08

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite3.raw	Acquisition Date: 20/4/07 10:00
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spf	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference Standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 48	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.84	37.5	1.1681E-02	3.8085E-03
2	4.92	97.8	1.1681E-02	3.8089E-03
3	4.90	157.5	1.1682E-02	3.8087E-03
4	4.68	217.5	1.1682E-02	3.8090E-03
5	4.87	277.5	1.1681E-02	3.8090E-03
6	4.85	337.5	1.1681E-02	3.8089E-03
7	4.85	397.5	1.1681E-02	3.8090E-03
8	4.84	457.5	1.1682E-02	3.8087E-03
9	4.85	517.5	1.1682E-02	3.8084E-03
10	4.85	577.5	1.1682E-02	3.8089E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8088E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.06

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE : Type : DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur : 30 m
Diamètre interne : 0,25 mm
Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION : Mode : Split Ratio: 120/30 ASSURANCE CLIENTE
Température : 280 °C AB LNDD
Volume injecté : 2 µl e 18/10/06

CONDITION GC : Température initiale : 100°C pendant 4 min
Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min
150°C->200°C à 30°C/min
Température finale : 200 °C pendant 1 min
Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE : Piège à eau: -100°C
Four à combustion : 850°C
Ligne de transfert : 350°C

CONDITIONS MS : Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s
à 20s RG open
à 50s RG close
à 80s RG open
à 110s RG close
à 160 HS close
à 600s HS open
à 720s RG open
à 750s RG close
à 780s RG open
à 810s RG open
Délai avant fin de l'acquisition: 30s

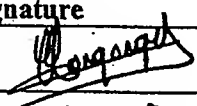
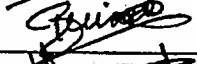
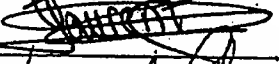
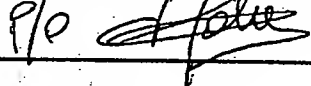
CONFIDENTIEL

APPLICABLE le

25 JAN. 2006

74

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	25/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

CONFIDENTIEL

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS01.raw	Acquisition Date: 20/4/07 10:13
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 4	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:		Value:		Label:		wrt:
Ratio 1: 13C		-38.3		delta 45		PDB:
Ratio 2: 18O		-20		delta 48		PDB
				-20.06		

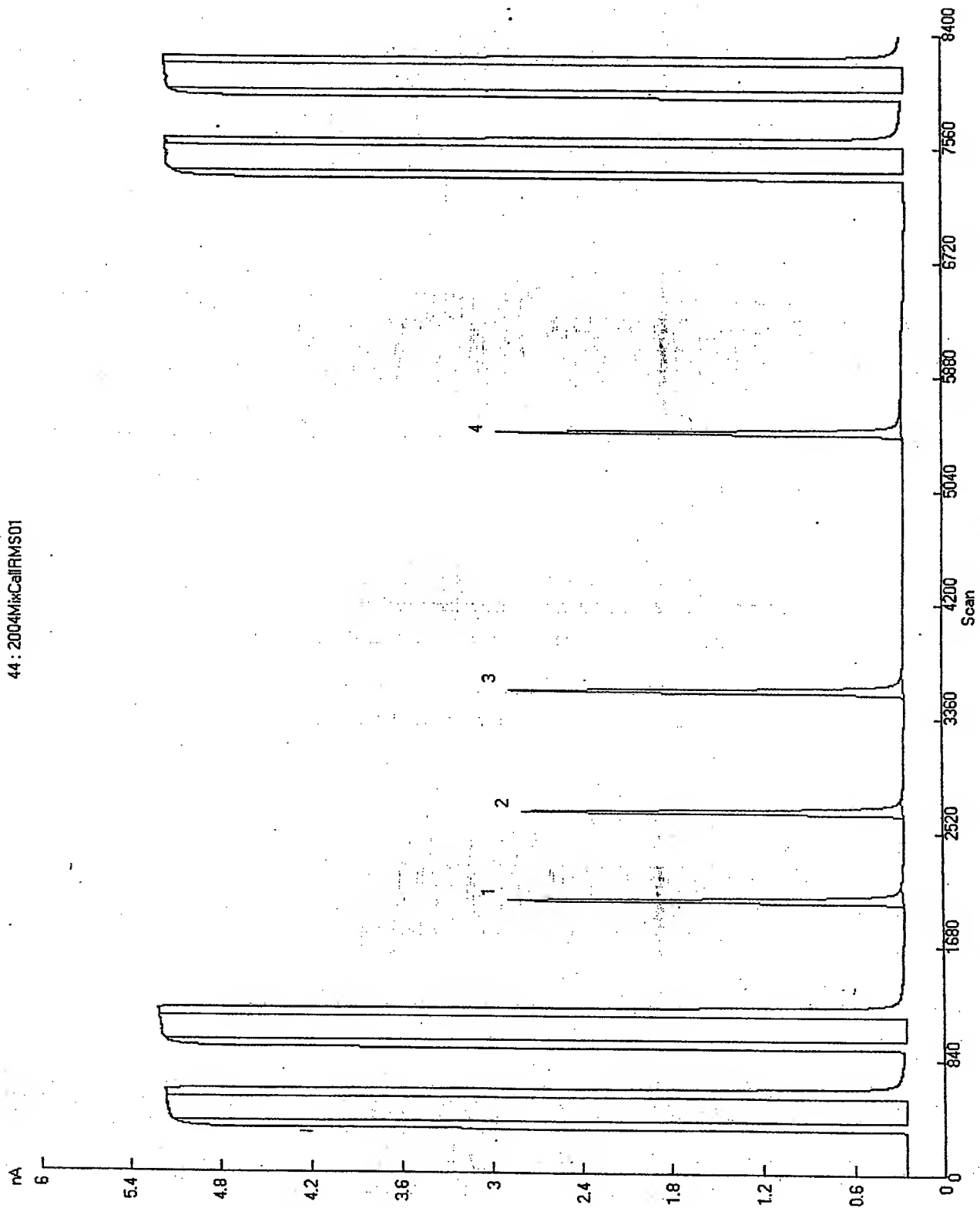
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.90	47.7	1.1681E-02	3.8116E-03
2	4.94	107.5	1.1681E-02	3.8114E-03
7	4.91	747.7	1.1681E-02	3.8114E-03
8	4.91	807.5	1.1681E-02	3.8122E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8117E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.10

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	201.9	2.63	8.4579E-09	1.1711E-02	2.58	-32.71	3.7012E-03	-28.96	-48.41	-19.04
2	287.3	2.54	8.3390E-09	1.1763E-02	8.98	-26.13	3.7003E-03	-29.19	-48.66	-19.30
3	358.6	2.83	8.7111E-09	1.1718E-02	3.19	-32.03	3.6990E-03	-29.58	-49.00	-19.68
4	548.9	2.71	8.7939E-09	1.1729E-02	4.11	-31.10	3.7007E-03	-29.12	-48.68	-19.22

44 : 2004MixCallRMS01



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS02.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2004.spl
Line: 5
MS file: M-AN368
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN368
Sample ID:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 20/4/07 10:55
Weight: 0.00
Injection Volume: 10
Bottle: 1
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta		Molecular delta				
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 48	-20.06	PDB		

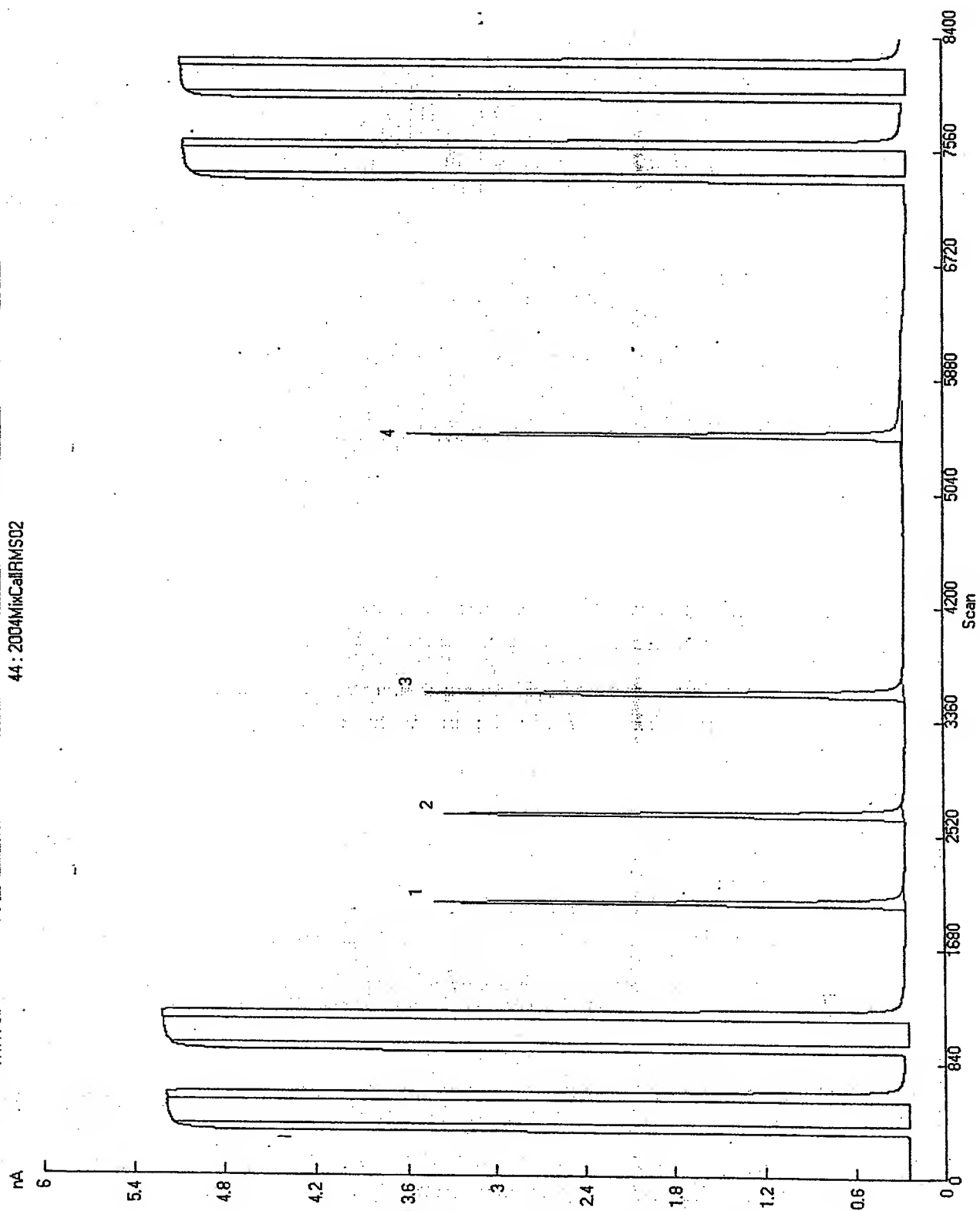
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.92	47.7	1.1683E-02	3.6098E-03
2	4.95	107.5	1.1663E-02	3.6100E-03
7	4.82	747.6	1.1662E-02	3.6122E-03
8	4.84	807.4	1.1682E-02	3.6127E-03

Mean: 1.1682E-02 3.6112E-03
Std Dev of fit (%): 0.01 0.04

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	-delta18O w.r.t. SMOW
1	201.9	3.15	1.0072E-08	1.1712E-02	2.53	-32.73	3.7001E-03	-28.93	-46.39	-18.02
2	267.1	3.07	1.0033E-08	1.1764E-02	6.91	-28.20	3.6989E-03	-29.30	-48.76	-19.41
3	356.5	3.21	1.0526E-08	1.1719E-02	3.12	-32.11	3.6987E-03	-29.44	-48.69	-19.54
4	546.9	3.32	1.0953E-08	1.1733E-02	4.37	-30.68	3.7061E-03	-27.68	-47.17	-17.76

44: 2004MixCalRMS02



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS03.raw	Acquisition Data: 20/4/07 11:11
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 6	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta Molecular delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

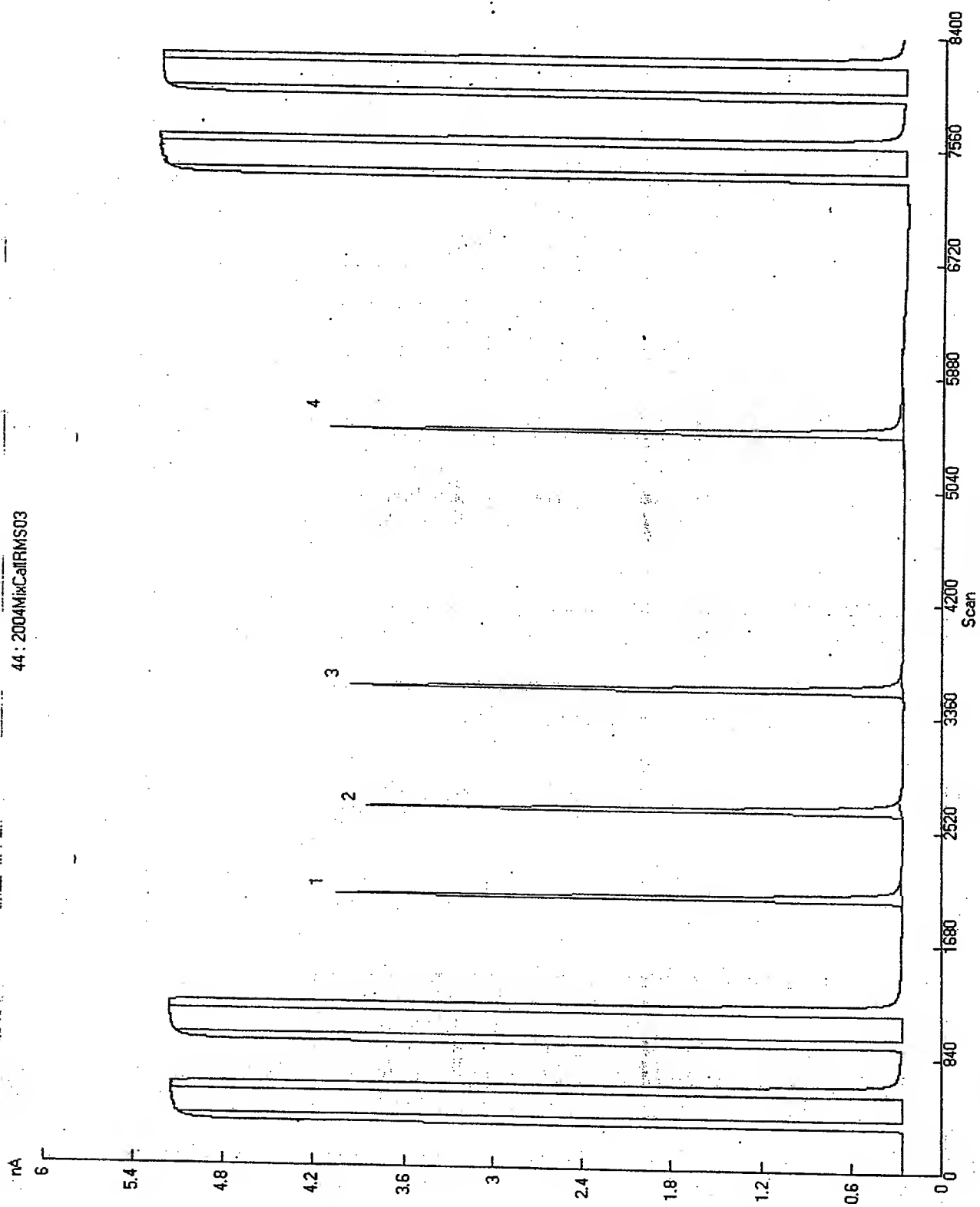
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.87	47.6	1.1682E-02	3.8111E-03
2	4.88	107.5	1.1682E-02	3.8107E-03
7	4.98	747.8	1.1683E-02	3.8114E-03
8	4.98	807.6	1.1682E-02	3.8118E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8112E-03
Std Dev of fit (%): 0.03 0.07

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.1	3.78	1.1863E-08	1.1712E-02	2.59	-32.88	3.7015E-03	-28.73	-48.19	-18.81
2	267.4	3.57	1.1675E-08	1.1763E-02	6.91	-28.22	3.7017E-03	-28.69	-48.18	-18.79
3	356.8	3.69	1.2133E-08	1.1720E-02	3.25	-31.98	3.6998E-03	-29.20	-48.65	-19.29
4	547.0	3.62	1.2231E-08	1.1730E-02	4.12	-31.08	3.6994E-03	-29.36	-48.81	-19.46

44: 2004MixCalIRMS03



81

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 20/04/07 12:23
Project: controls2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label: Value:	
Ratio 1: 13C -38.3	Label: Value: wrt:
Ratio 2: 18O -20	delta 45 -34.83 PDB
	delta 46 -20.06 PDB

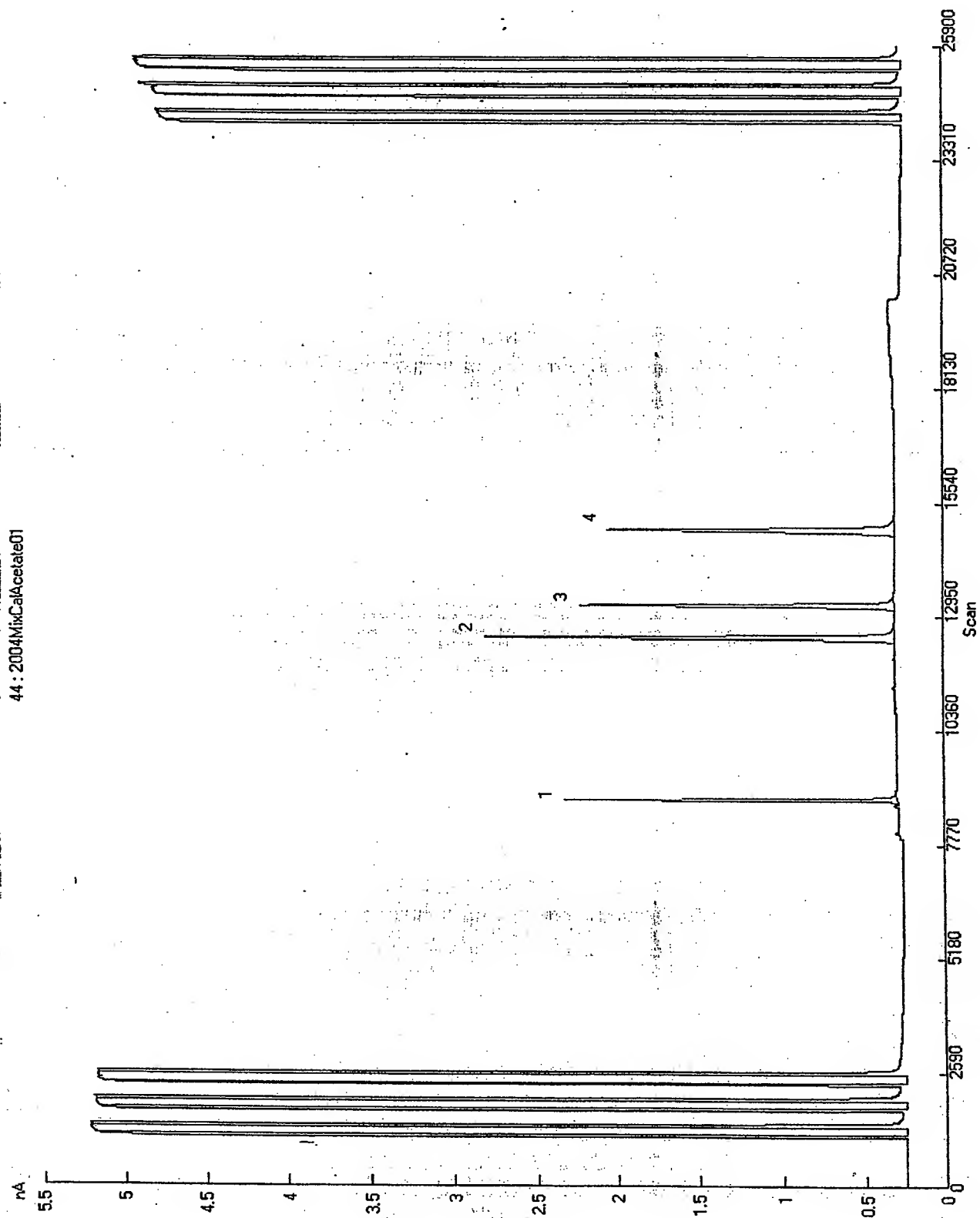
Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 46/44	Ratio 48/44
1	4.98	127.7	1.1683E-02	3.8095E-03
2	4.93	187.5	1.1682E-02	3.8099E-03
3	4.91	247.5	1.1682E-02	3.8091E-03
8	4.52	2427.3	1.1682E-02	3.8119E-03
9	4.56	2487.2	1.1681E-02	3.8125E-03
10	4.67	2547.2	1.1681E-02	3.8129E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8110E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.11

Sample Data

Peak No.	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.6	2.03	9.4780E-09	1.1737E-02	4.86	-30.55	3.7015E-03	-28.55	-48.02	-18.64
2	1248.7	2.50	1.8752E-08	1.1856E-02	14.89	-20.01	3.7031E-03	-28.29	-47.78	-18.40
3	1321.4	1.92	1.4054E-08	1.1701E-02	1.67	-33.84	3.7022E-03	-28.53	-48.00	-18.82
4	1493.8	1.75	1.6286E-08	1.1897E-02	18.39	-16.38	3.7004E-03	-29.07	-48.66	-19.20

44 : 2004MixCaAcetate01



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalAcetate02.raw
Project: controle2007.PRO
Sample list: 2004.spl
Line: 21
MS file: M-AN41
Inlet: GC-combustion
Inlet file: M-AN41
Sample ID:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C

Acquisition Date: 20/4/07 22:50
Weight: 0.00
Injection Volume: 10
Bottle: 2
Type:
Standard:
Slot Number: JB 251
Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta Molecular delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.92	127.6	1.1679E-02	3.8125E-03
2	5.00	187.5	1.1679E-02	3.8111E-03
3	5.08	247.5	1.1679E-02	3.8101E-03
8	4.75	2427.5	1.1679E-02	3.8116E-03
9	4.78	2487.4	1.1679E-02	3.8121E-03
10	4.89	2547.5	1.1679E-02	3.8123E-03

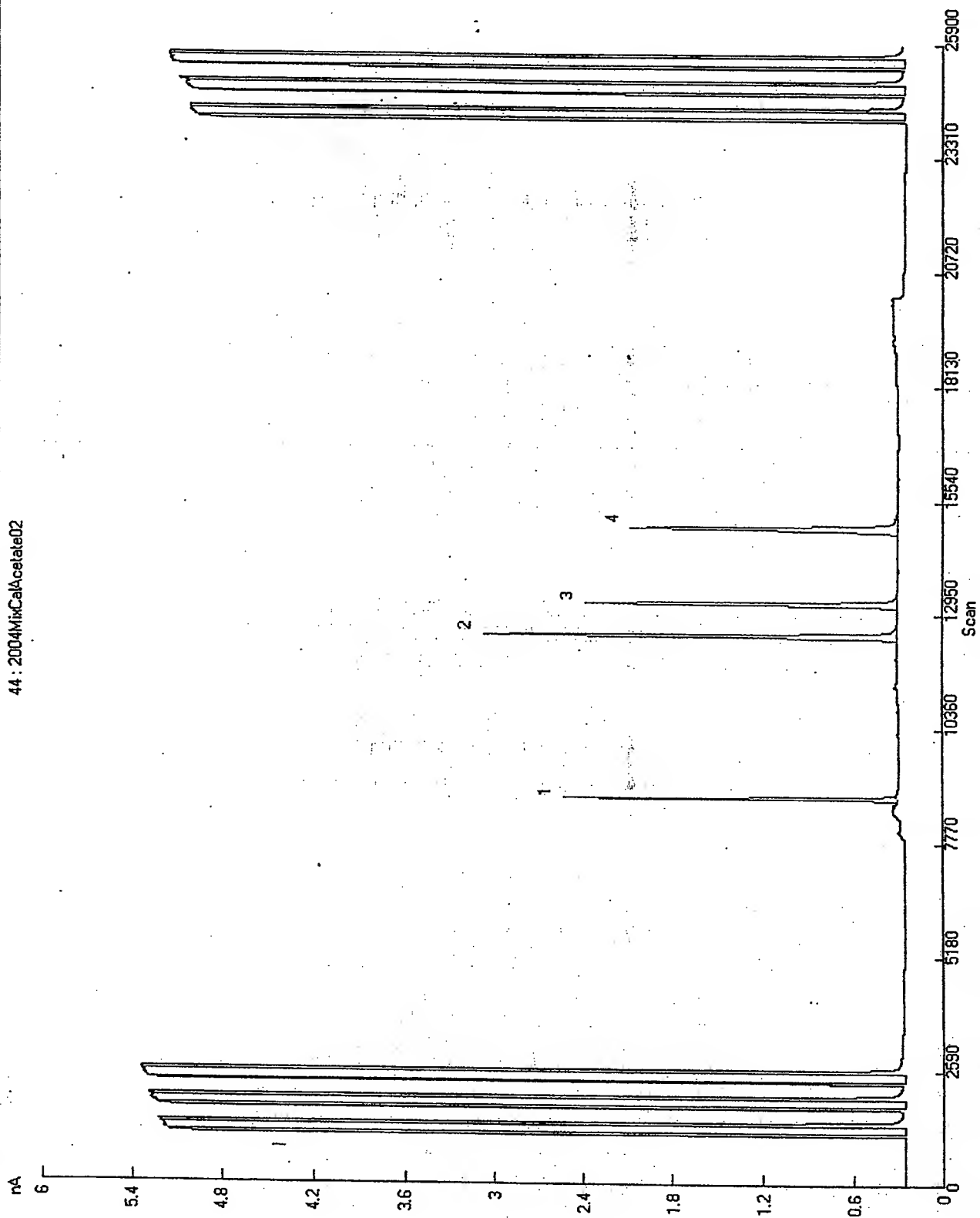
Mean: 1.1679E-02 3.8116E-03
Std Dev of fit (%): 0.03 0.24

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.0	2.23	1.0398E-08	1.1728E-02	4.08	-31.16	3.7019E-03	-28.73	-48.20	-18.82
2	1247.9	2.77	2.0143E-08	1.1855E-02	15.08	-19.80	3.7024E-03	-28.83	-48.12	-18.75
3	1320.5	2.08	1.5344E-08	1.1688E-02	1.60	-33.70	3.7024E-03	-28.85	-48.11	-18.73
4	1493.1	1.78	1.6872E-08	1.1894E-02	18.37	-16.41	3.7023E-03	-28.70	-48.19	-18.82

84

44 : 2004MixCalAcetate02



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon : A 993856 Instrument : **GC/C/IRMS Isoprime 2**

Répertoire : 2004 CO et paraphe: 49 

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -52,69

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	2004Blu1F1	2004Blu1F1	2004856F1	2004856F1
tr (s)	880	1496	882	1496
trr	-	1,700	-	1,696
Intensité (nA)	1,4	2,5	4,7	2,2
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,82	-24,72	-31,38	-24,04
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,78	-	-21,02

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	2004Blu1F2	2004Blu1F2	2004Blu1F2	2004856F2	2004856F2	2004856F2
tr (s)	880	1250	1277	880	1250	1276
trr	-	1,420	1,451	-	1,420	1,450
Intensité (nA)	2,4	3,5	4,2	2,4	3,2	3,3
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,67	-25,45	-24,65	-30,51	-25,21	-24,27
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,58	-21,70	-	-22,32	-21,28

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	2004Blu1F3	2004Blu1F3	2004Blu1F3	2004Blu1F3
tr (s)	882	1331	1361	1679
trr	-	1,510	1,544	1,904
Intensité (nA)	6,3	7,7	2,5	4,4
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,84	-27,54	-28,11	-26,70
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,25	-22,94	-21,75

	Echantillon			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	2004856F3	2004856F3	2004856F3	2004856F3
tr (s)	881	1331	1361	1689
trr	-	1,512	1,546	1,918
Intensité (nA)	4,4	7,2	2,2	7,0
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,74	-27,87	-29,41	-26,57
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,64	-24,51	-21,59

86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	α	
Etio	-19,56	-26,10	α	
Andro	-18,43	-25,02	α	
5β Adiol	-18,55	-26,97	α	
5α Adiol	-18,59	-27,40	α	
5β Pdiol	-18,25	-25,55	α	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,81	-0,49	-1,29	-2,09
Andro - 11 Kétoétio	0,08	0,55	-0,25	-1,05
5β Adiol - 5β Pdiol	-0,50	-0,25	-1,05	-1,85
5α Adiol - 5β Pdiol	-1,19	-2,11	-2,91	-3,71

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$

$\delta^{13}\text{C}$ du composé $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: $\pm 0,8 \text{‰}$

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Conclusion

L'analyse par spectrométrie de rapport isotopique (EC31) n'indique pas une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'un appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la testostérone.

Partie à remplir par le responsable

Date et Paraphe du responsable:

Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30209

RAPPORT D'ANALYSE N° 5

Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

Sport : **USADA**
Épreuve et lieu : **Réanalyse**
Date : **16/04/2007**

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date : **16/04/2007**
Type de matériel : **Berlinger**
Nombre d'échantillon(s) : **6 (sur 10 échantillons reçus)**
Nombre de rapport(s) d'analyse : **5**
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825423 - 825425 - 825426 - 825427 - 993856 - 993865**

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

Méthodes d'analyses utilisées : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

Conclusions :

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone

NB :

Echantillon n° 993865 : la valeur isotopique du 5 α -androstane-3 α -diol n'a pas pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

J. de CEAUX
Directeur

Destinataire :

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

Copie :

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 1 page(s).

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004858F3-2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 14:37
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 20
Line: 10	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993858 F3/15ul	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label: Value:	Label: Value:
Ratio 1: 13C -36.3	delta 45 -34.83
Ratio 2: 18O -20	delta 46 -20.06
	wrt: PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.01	127.7	1.1680E-02	3.8127E-03
2	5.08	187.8	1.1681E-02	3.8112E-03
3	5.13	247.8	1.1680E-02	3.8105E-03
13	4.87	2427.5	1.1681E-02	3.8121E-03
14	4.74	2487.4	1.1680E-02	3.8137E-03
15	4.85	2547.4	1.1680E-02	3.8138E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8123E-03
Std Dev of fit (%): 0.02 0.28

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	808.4	5.00	2.6196E-08	1.1794E-02	9.76	-25.29	3.7021E-03	-28.83	-48.30	-18.93
2	840.7	0.94	4.7649E-09	1.1791E-02	9.50	-25.55	3.7016E-03	-28.95	-48.42	-19.05
3	880.6	3.00	1.3594E-08	1.1733E-02	4.50	-30.70	3.7011E-03	-29.09	-48.55	-19.18
4	1139.9	0.78	6.0375E-09	1.1771E-02	7.75	-27.34	3.7011E-03	-29.14	-48.60	-19.24
5	1163.9	0.88	5.6754E-09	1.1822E-02	12.08	-22.89	3.7014E-03	-28.06	-48.53	-19.17
8	1327.4	5.37	4.9371E-08	1.1769E-02	7.62	-27.49	3.7024E-03	-28.84	-48.31	-18.94
7	1358.5	1.42	1.0273E-08	1.1749E-02	5.88	-29.29	3.7015E-03	-28.08	-48.56	-19.19
8	1401.4	1.88	1.4749E-08	1.1768E-02	7.48	-27.65	3.7012E-03	-28.15	-48.61	-19.25
8	1682.5	5.28	7.5284E-08	1.1782E-02	8.70	-26.36	3.7011E-03	-29.23	-48.69	-19.33

